

**OPTICALLY ACTIVE ISOSORBIDE DERIVATIVE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME, PHOTOREACTIVE TYPE CHIRAL AGENT, LIQUID CRYSTALLINE COMPOSITION, LIQUID CRYSTALLINE COLOR FILTER, OPTICAL FILM AND RECORDING MEDIUM, METHOD FOR CHANGING HELICAL STRUCTURE OF LIQUID CRYSTAL AND METHOD FOR FIXING HELICAL STRUCTURE OF LIQUID CRYSTAL**

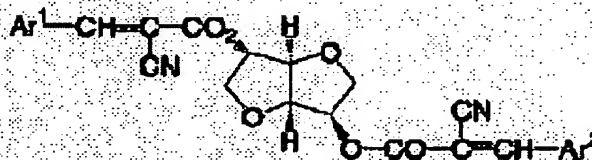
Patent number: JP2002338575  
 Publication date: 2002-11-27  
 Inventor: YUMOTO MASATOSHI; ICHIHASHI MITSUYOSHI  
 Applicant: FUJI PHOTO FILM CO LTD  
 Classification:  
 - International: C07D493/04; C09K19/38; C09K19/54; G02B5/20; G02F1/1335; C07B53/00  
 - european:  
 Application number: JP20010146120 20010516  
 Priority number(s): JP20010146120 20010516

Report a data error here

**Abstract of JP2002338575**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an optically active compound (photoreactive type chiral agent) having photosensitivity and capable of largely changing helical pitch (twist force) of a liquid crystal. **SOLUTION:** This optically active isosorbide derivative is represented by general formula (I) (wherein Ar<1> and Ar<2> represent each an aryl group or a heterocyclic group). In the isosorbide derivative, it is preferable that Ar<1> and Ar<2> are the same substituent groups.

一般式 (I)



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Best Available Copy

***This Page Blank (uspto)***

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2002-338575

(P 2002-338575 A)

(43) 公開日 平成14年11月27日 (2002. 11. 27)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 07 D 493/04	1 0 1	C 07 D 493/04	1 0 1 C 2H048
C 09 K 19/38		C 09 K 19/38	2H091
19/54		19/54	B 4C071
G 02 B 5/20		G 02 B 5/20	4H006
	1 0 1		1 0 1 4H027
審査請求	未請求	請求項の数 1 4	O L (全 3 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-146120 (P2001-146120)

(22) 出願日 平成13年5月16日 (2001. 5. 16)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社  
神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 湯本 真敏

静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真  
フイルム株式会社内

(72) 発明者 市橋 光芳

静岡県富士宮市大中里200番地 富士写真  
フイルム株式会社内

(74) 代理人 100079049

弁理士 中島 淳 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学活性イソソルビド誘導体及びその製造方法、光反応型キラル剤、液晶組成物、液晶カラーフィルタ、光学フィルム及び記録媒体、並びに液晶の螺旋構造を変化させる方法、液晶の螺旋構造を固定化

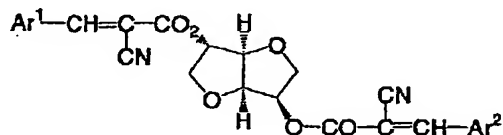
## (57) 【要約】

【課題】 感光性を有し、光によって液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を大きく変化させることのできる光学活性化化合物（光反応型キラル剤）を提供する。

【解決手段】 下記一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体。

## 【化1】

一般式（I）



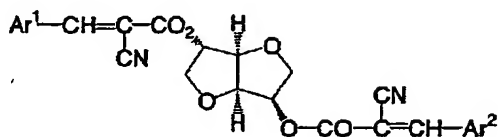
一般式（I）中、 $Ar^1$ と $Ar^2$ は、アリール基又は複素芳香環基を表す。 $Ar^1$ と $Ar^2$ が同じ置換基であるイソソルビド誘導体が、好ましい。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記一般式 (I) で表される光学活性イソソルビド誘導体。

## 【化 1】

## 一般式 (I)

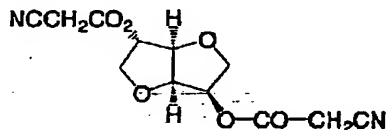


〔一般式 (I) 中、 $Ar^1$  と  $Ar^2$  は、アリール基又は複素芳香環基を表す。〕

【請求項 2】 請求項 1 において、 $Ar^1$  と  $Ar^2$  が同じ置換基である光学活性イソソルビド誘導体。

【請求項 3】 下記式で表される光学活性イソソルビド誘導体。

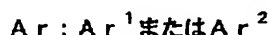
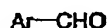
## 【化 2】



【請求項 4】 請求項 3 のイソソルビド誘導体と下記一般式 (II) で表されるアルデヒド誘導体を反応させることを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の光学活性イソソルビド誘導体の製造方法。

## 【化 3】

## 一般式 (II)



〔一般式 (II) 中、 $Ar^1$  と  $Ar^2$  は、アリール基又は複素芳香環基を表す。〕

【請求項 5】 イソソルビドとシアノ酢酸又はシアノ酢酸誘導体を反応させることを特徴とする請求項 3 に記載の光学活性イソソルビド誘導体の製造方法。

【請求項 6】 請求項 1 又は 2 のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体からなる光反応型キラル剤。

【請求項 7】 少なくとも液晶性化合物と、請求項 1 又は 2 のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種とを含む液晶組成物。

【請求項 8】 重合性基を少なくとも一つ有する液晶性化合物と、請求項 1 又は 2 のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種と、光重合開始剤とを含む液晶組成物。

【請求項 9】 請求項 1 又は 2 のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体と光重合開始剤とが、それぞれ異なる感光波長領域を持つ請求項 8 に記載の液晶組成物。

【請求項 10】 請求項 7 から 9 のいずれかに記載の液晶組成物に光照射して、一般式 (I) で表される光学活性イソソルビド誘導体の構造を変化させる、液晶の螺旋構造を変化させる方法。

【請求項 11】 請求項 7 から 9 のいずれかに記載の液晶組成物に対して、一般式 (I) で表される光学活性イソソルビド誘導体の感光波長領域の光を画像様に照射した後、光重合開始剤の感光波長領域の光を照射して光重合を行う工程を有する、液晶の螺旋構造を固定化する方法。

【請求項 12】 少なくとも液晶性化合物と、請求項 1 又は 2 のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種とを含む液晶カラーフィルタ。

【請求項 13】 少なくとも液晶性化合物と、請求項 1 又は 2 のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種とを含む光学フィルム。

【請求項 14】 少なくとも液晶性化合物と、請求項 1 又は 2 のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種とを含む記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、感光性を有する光学活性イソソルビド誘導体、その製造方法、液晶構造に変化を起こさせる光反応型キラル剤、これを含む液晶組成物、液晶カラーフィルタ、光学フィルム及び記録媒体、並びに液晶の螺旋構造を変化若しくは固定化させる方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年、液晶材料が注目され、例えば、螺旋構造を有し、該螺旋の捻れ力（捻れ角）により多彩な選択反射色を示すコレステリック液晶化合物等は、その選択反射性や選択反射光の色純度に優れることから、光学フィルム、液晶カラーフィルタ、あるいは記録媒体等に広く使用されている。その具体例として、カラーフィルタを一例に以下に述べる。

【0003】例えば、カラー液晶ディスプレイ等に用いられるカラーフィルタは、一般に、赤色 (R)、緑色 (G)、青色 (B) の各画素と、その間隙に表示コントラスト向上を目的とするブラックマトリクスとが形成されて構成される。このようなカラーフィルタは、従来、樹脂中に顔料を分散させたものや染料を染着させたものが主流であり、その製造方法も、着色樹脂液をスピンコート等によりガラス基板上に塗布して着色レジスト層を形成しフォトリソグラフィ法によるパターンニングを行ってカラーフィルタ画素を形成したり、着色画素を基板に直接印刷したりする方法が一般的であった。

【0004】しかし、例えば、印刷法による製造方法では、画素の解像度が低く高精細な画像パターンの形成には対応が難しいという欠点があり、スピンコート法による製造方法では材料ロスが大きく、また大面積の基板に

塗布する場合の塗布ムラが大きいといった欠点があった。また、電着法による製造方法によると、比較的解像度が高く、着色層のムラも少ないカラーフィルタを得ることができる反面、製造工程が煩雑であり液管理も難しいといった難点を有していた。以上より、カラーフィルタの製造工程としては、材料ロスが少なく高効率に、かつ簡便に高品質なカラーフィルタを製造する製造方法が要望されていた。

【0005】一方、カラーフィルタの性能としては、透過率、色純度が高いことが求められ、近年、染料を用いた方法では染料の種類や染着樹脂を最適化したり、顔料を用いる方法ではより微細分散した顔料を用いることにより上記要求に対する向上が図られてきた。しかしながら、最近の液晶ディスプレイ(LCD)パネルにおける、カラーフィルタの透過率、色純度に対する要求は極めて高く、特に反射型LCD用カラーフィルタにおいては、ペーパーホワイトの白表示とコントラスト、及び色再現性の両立が難しい一方、従来の製造方法における、樹脂中に染料を染着させ、或いは、顔料を分散させて製造されるカラーフィルタは、いずれも光吸収型のカラー

フィルタであるため、透過率の更なる向上による色純度の改善はほぼ限界に達していた。

【0006】以上のような状況に対して、コレステリック液晶を主成分とする偏光利用型カラーフィルタが知られている。この偏光利用型カラーフィルタは、一定の光量を反射しそれ以外を透過して画像表示を行うため、光の利用効率が高く、透過率、色純度の点でも光吸収型のカラーフィルタよりも卓越した性能を有する。他方、その製造方法には、均一厚が得られる観点から、スピンコート法等を用いて基板上に成膜する方法が一般に行われてきたが、材料ロスが大きいといった問題がありコストの点で不利であった。

【0007】上記問題を解決し、カラーフィルタ膜の色純度等の均一性を確保することができ、しかも製造工程数の低減をも実現する手段として、光反応型のキラル化合物(カイラル化合物)を用いる方法が有用である。この方法は、光反応型のキラル化合物を含む液晶組成物に該キラル化合物の反応波長の光をパターン状に照射すると、その照射エネルギーの強度に応じてキラル化合物の反応が進行し、液晶化合物の螺旋ピッチ(螺旋の捻れ角)が変化するので、光量差のあるパターン露光のみにより画素ごとに選択反射色が形成されるという原理を用いている。つまり、カラーフィルタ形成時におけるパターンニングの回数は透過光量の異なるマスクを用いた一回のマスク露光で完了するといったメリットがある。従って、画像様に光照射してパターンニングした後、パターンニングされたコレステリック液晶化合物を固定化することにより、カラーフィルタとして機能する膜を形成できる。これは、光学用のフィルムや画像の記録等にも応用できる。

【0008】特に、一回のマスク露光によってカラーフィルタを作製する場合などは、B(青色)、G(緑色)、R(赤色)の3原色を一回の露光で色純度良く形成できることが望まれる。しかし、液晶の捻れの変化率が小さい場合には十分な色純度が得られない。したがって、一回の露光で色純度の高い3原色を表示させる観点では、実用的には、用いる光反応型のキラル化合物として、液晶化合物の螺旋構造の捻れ力を大きく変化させ得る、捻れ変化率の大きいキラル化合物(キラル剤)を用いる必要がある。即ち、捻れ変化率の大きいキラル化合物を用いることにより、その光量変化により選択反射する色相の幅を拡げることができる。

【0009】このようなキラル剤として、先に本出願人によりけい皮酸誘導体によってエステル化されたイソソルビド骨格を持つ光反応型キラル剤がの出願がなされている(特願2000-193142)。又、WO00/34808には、ベンジリデンメントン型の光反応型キラル剤が開示されている。一方、マスク露光に用いる光源は、一般的には365nmに輝線を有する超高圧水銀ランプであり、マスク露光の際に高感度で、即ちキラル化合物の反応を速くするためには、この波長領域におけるキラル剤のモル吸光係数が大きいことが望ましい。しかしながら、特願2000-193142及びWO00/34808記載のキラル剤は、365nmにおけるモル吸光係数が小さく、マスク露光の際に感度が低いという問題を有していた。

#### 【0010】

【発明が解決しようとする課題】以上のように、照射する光量により液晶の螺旋ピッチ(捻れ力、螺旋の捻れ角)等の配向構造を変化させ得る光反応性を備え、しかも、例えばネマチック液晶化合物を含むコレステリック液晶相の場合に、選択反射可能な波長領域の幅が広く多彩な選択反射を示し、特に3原色(B、G、R)を色純度高く表示させることができるなど、その螺旋ピッチ(捻れ力)を大きく変化させることの可能な光反応型キラル剤は、未だ提供されていないのが現状である。

【0011】本発明は、前記従来における諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明は、第一に、感光性を有し、光により異性化して構造変化し得る新規な光学活性化合物を提供することを目的とする。第二に、液晶性化合物の配向を制御し得、かつ光による液晶の螺旋ピッチ(捻れ力)の変化率(以下、「捻れ変化率」ということがある。)が大きく、例えばコレステリック液晶相の場合には、3原色(B、G、R)を含む広範な選択反射が可能で、色純度の高い3原色を表示させ得る光反応型キラル剤を提供することを目的とする。第三に、光により液晶の螺旋ピッチ(捻れ力)を変化でき、且つその捻れ変化率の大きい光反応型キラル剤を含み、光により液晶分子の配向状態を大きく立体的に制御して光学特性を変化する液晶組成物、例

例えばコレステリック液晶の場合には、光照射により 3 原色を含む広範な選択反射色を示し、しかも色純度に優れた 3 原色の表示が可能な液晶組成物を提供することを目的とする。

【0012】また、本発明は、第四に、捻れ変化率の大きい光反応型キラル剤を含む液晶組成物に光照射して液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を大きく変化させる、液晶の螺旋構造を変化させる方法を提供することを目的とする。第五に、捻れ変化率の大きい光反応型キラル剤を含む液晶組成物に対し、画像様に露光した後、パターン化された螺旋ピッチを損なわず維持された状態で固定化でき、特に液晶相がコレステリック液晶相の場合には、所望の選択反射色に液晶の螺旋構造を固定化し、色純度の高い色相を得ることのできる、液晶の螺旋構造を固定化する方法を提供することを目的とする。

【0013】更に本発明は、第六に、光照射により液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を大きく変化させ得る光反応型キラル剤を含み、色純度の高い液晶カラーフィルタを提供することを目的とする。第七に、光照射により液晶の捻れ力を大きく変化させ得る光反応型キラル剤を含む非光吸収型の光学フィルム、例えばコレステリック液晶相の場合には、選択反射域が広範で色純度の高い光学フィルムを提供することを目的とする。第八に、光照射により液晶の捻れ力を大きく変化させ得る光反応型キラル剤を含み、画像様に光量を変化させることにより鮮明な画像を形成し得る記録媒体、例えば液晶相がコレステリック液晶相の場合には、色相が広範で色純度の高い選択反射色よりなる画像を形成し得る記録媒体を提供することを目的とする。

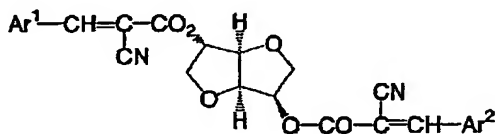
【0014】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するための本発明の手段は、以下の通りである。

<1> 下記一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体。

【化4】

一般式（I）

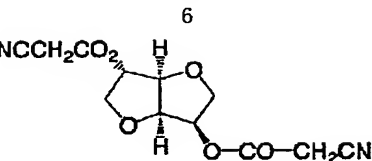


〔一般式（I）中、Ar¹とAr²は、アリール基又は複素芳香環基を表す。〕

<2> 上記<1>において、Ar¹とAr²が同じ置換基である光学活性イソソルビド誘導体。

<3> 下記式で表される光学活性イソソルビド誘導体。

【化5】



<4> 上記<3>のイソソルビド誘導体と下記一般式

（II）で表されるアルデヒド誘導体を反応させることを特徴とする上記<1>又は<2>に記載の光学活性イソソルビド誘導体の製造方法。

【化6】

一般式（II）

Ar-CHO

Ar : Ar¹またはAr²

〔一般式（II）中、Ar¹とAr²は、アリール基又は複素芳香環基を表す。〕

<5> イソソルビドとシアノ酢酸又はシアノ酢酸誘導体を反応させることを特徴とする上記<3>に記載の光学活性イソソルビド誘導体の製造方法。

<6> 上記<1>又は<2>のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体からなる光反応型キラル剤。

<7> 少なくとも液晶性化合物と、上記<1>又は<2>のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種とを含む液晶組成物。

<8> 重合性基を少なくとも一つ有する液晶性化合物と、上記<1>又は<2>のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種と、光重合開始剤とを含む液晶組成物。

<9> 上記<1>又は<2>のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体と光重合開始剤とが、それぞれ異なる感光波長領域を持つ上記<8>に記載の液晶組成物。

<10> 上記<7>から<9>のいずれかに記載の液晶組成物に光照射して、一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体の構造を変化させる、液晶の螺旋構造を変化させる方法。

<11> 上記<7>から<9>のいずれかに記載の液晶組成物に対して、一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体の感光波長領域の光を画像様に照射した後、光重合開始剤の感光波長領域の光を照射して光重合を行う工程を有する、液晶の螺旋構造を固定化する方法。

<12> 少なくとも液晶性化合物と、上記<1>又は<2>のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種とを含む液晶カラーフィルタ。

<13> 少なくとも液晶性化合物と、上記<1>又は<2>のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも一種とを含む光学フィルム。

<14> 少なくとも液晶性化合物と、上記<1>又は<2>のいずれかに記載の光学活性イソソルビド誘導体の

少なくとも一種とを含む記録媒体。

【0015】

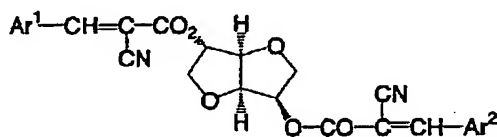
【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。

(光学活性イソソルビド誘導体) 本発明の光学活性イソソルビド誘導体は、下記に示す一般式 (I) で表される。該光学活性化合物は、それ自身光によってシーストランス異性化し、構造変化するものであり、特に 365 nm 付近の波長領域に感光性を有する。

【0016】

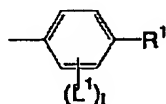
【化 7】

一般式 (I)

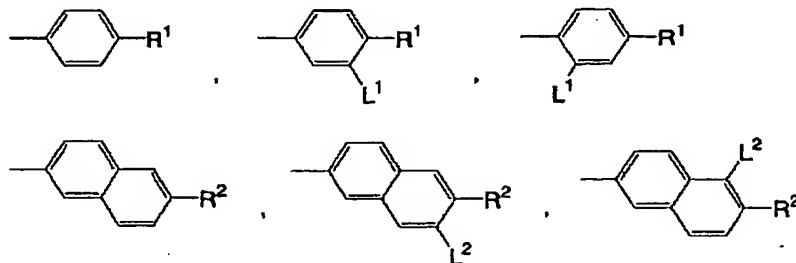


式 (I) 中、 $Ar^1$  と  $Ar^2$  は、アリール基又は複素芳香\*

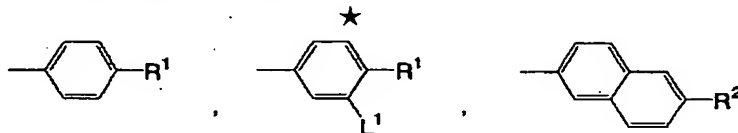
一般式 (III)



【0019】上式 (III) 又は (IV) 中、 $R^1$  と  $R^2$  は、夫々独立に水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、複素環基、アルコキシ基、ヒドロキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、カルボキシ基、シアノ基を表す。この中で、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アルコキシ基、ヒドロキシ基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基が好ましく、特にアルコキシ基、ヒドロキシ基、アシルオキシ基が好ましい。上式 (III) 又は (IV) ※



【0021】これらの中でも、特に下記式で表されるアリール基が好ましい。



【0022】 $R^1$  と  $R^2$  で表される前記ハロゲン原子とし

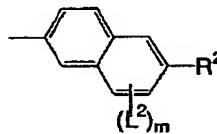
\*環基を表す。

【0017】上記一般式 (I) で表される化合物について説明する。 $Ar^1$  と  $Ar^2$  で表されるアリール基は、置換基を有していてもよく、総炭素数が 6~40 のものが好ましく、特に 6~30 のものが好ましい。前記置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、ヒドロキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、カルボキシ基、シアノ基、複素環基が好ましく、中でも特に、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、ヒドロキシ基、アシルオキシ基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基が好ましい。

【0018】このようなアリール基の内、下記一般式 (III) 又は (IV) 式で表されるアリール基が好ましい。

【化 8】

一般式 (IV)



※中、 $L^1$  と  $L^2$  は、夫々独立にハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、ヒドロキシ基を表し、特に炭素数 1~10 のアルコキシ基、ヒドロキシ基が好ましい。 $i$  は 0、1~4 の整数を表し、特に 0、1 が好ましい。 $m$  は 0、1~6 の整数を表し、特に 0、1 が好ましい。 $i$ 、 $m$  が 2 以上のときは、 $L^1$  と  $L^2$  は互いに異なる基を表してもよい。

【0020】このような前記アリール基としては、下記式で表されるアリール基等が挙げられる。

【化 9】

★【化 10】

ては、フッ素原子、塩素原子が好ましく、中でもフッ素

原子が特に好ましい。

【0023】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルキル基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数1～30のアルキル基が好ましく、総炭素数1～20のアルキル基が特に好ましい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アリール基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基、ヒドロキシル基が好ましく、中でも、ハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基、ヒドロキシル基が特に好ましい。

【0024】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルキル基の具体例としては、メチル基、ペンチル基、シクロヘキシル基、トリフルオロメチル基、ベンジル基、アリル基、メトキシエチル基、アセチルオキシメチル基等が挙げられる。

【0025】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アリール基、複素環基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数4～40のアリール基、複素環基が好ましく、総炭素数4～30のアリール基、複素環基が特に好ましい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基、ヒドロキシル基が好ましく、中でも、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、アシルオキシ基、ヒドロキシル基が特に好ましい。

【0026】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アリール基の具体例としては、フェニル基、 $\beta$ -ナフチル基、4-メチルフェニル基、4-ビニルフェニル基、4-ブチルオキシフェニル基、4-ベンゾイルオキシフェニル基、ピリミジン-2-イル基等が挙げられる。又、 $R^1$ と $R^2$ で表される前記複素環基の具体例としては、例えば、ピリジン環、ピリジン環、フラン環、ベンゾフラン環等が好ましく、中でもピリジン環、ピリジン環が好ましい。

【0027】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルケニル基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数2～30のアルケニル基が好ましく、総炭素数2～20のアルケニル基が特に好ましい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アリール基、アルキニル基、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基、ヒドロキシル基が好ましく、特にアリール基、アルコキシ基、アシルオキシ基、ヒドロキシル基が好ましい。前記アルケニル基の具体例としては、ビニル基、フェニルエチニル基、4-ペンチルオキシフェニルエチニル基、メトキシビニル基等が挙げられる。

【0028】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルキニル基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭

素数2～30のアルキニル基が好ましく、総炭素数2～20のアルキニル基が特に好ましい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アリール基、アルケニル基、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基、ヒドロキシル基が好ましく、中でも、アリール基、アシルオキシ基、ヒドロキシル基が好ましい。前記アルキニル基の具体例としては、エチニル基、フェニルエチニル基、4-アセチルオキシフェニルエチニル基等が挙げられる。

【0029】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルコキシ基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数1～30のアルコキシ基が好ましく、総炭素数1～20のアルコキシ基が特に好ましい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アリール基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基、ヒドロキシル基、カルボキシル基が好ましく、中でも、ハロゲン原子、アリール基、アルコキシ基、アシルオキシ基、ヒドロキシル基、アルコキシカルボニル基が好ましい。 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルコキシ基の具体例としては、メトキシ基、ブチルオキシ基、ベンジルオキシ基、メトキシエトキシエトキシ基、アセチルオキシヘキシルオキシ基、ベンゾイルオキシドデシルオキシ基等が挙げられる。

【0030】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アシル基(RCO-)としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数2～40のアシル基が好ましく、総炭素数2～30のアシル基が特に好ましく、Rは複素環であってもよく、炭素-炭素二重結合、炭素-炭素三重結合を含んでいてもよい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アルコキシ基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基が好ましく、特にハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基が好ましい。 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アシル基の具体例としては、アセチル基、ベンゾイル基、シンナモイル基、トリフルオロアセチル基、メトキシアセチル基、5-シクロヘキシルカルボニルオキシヘキサノイル基等が挙げられる。

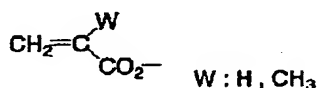
【0031】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルコキシカルボニル基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数2～30のアルコキシカルボニル基が好ましく、総炭素数2～20のアルコキシカルボニル基が特に好ましい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アリール基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アシル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基が好ましく、中でも、ハロゲン原子、アリール基、アルコキシ基、アシルオキシ基が特に好ましい。 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アルコキシカルボニル基の具体例としては、メトキシカ



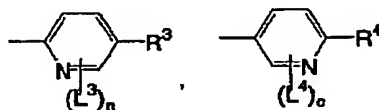
ルボニル基、デシロキシカルボニル基、トリフルオロエトキシカルボニル基、メトキシエトキシカルボニル基、アセチルオキシエトキシカルボニル基等が挙げられる。

【0032】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アリールオキシカルボニル基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数5～40のアリールオキシカルボニル基が好ましく、総炭素数5～30のアリールオキシカルボニル基が特に好ましく、また、アリール部は複素環であつてもよい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基が好ましく、中でも、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基が好ましい。

【0033】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アリールオキシカルボニル基の具体例としては、フェノキシカルボニル基、ビフェニルオキシカルボニル基、 $\beta$ -ナフチルオキシカルボニル基、4-フェノキシカルボニルフェノキシカルボニル基、メトキシフェノキシカルボニル基等が挙げられる。



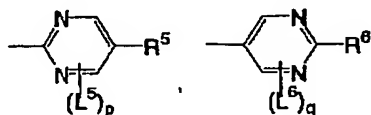
【0038】 $\text{Ar}^1$ と $\text{Ar}^2$ で表される前記複素芳香環基としては、置換基を有していてもよく、総炭素数4～40のものが好ましく、特に4～30のものが好ましい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アリール基、アルコキシ基、ヒドロキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基が好ましく、中でも※



【0040】上式中の $R^3 \sim R^6$ は、前記一般式 (III) 又は (IV) 中の $R^1$ 、 $R^2$ と同義であり、 $L^3 \sim L^6$ は、前記一般式 (III) 又は (IV) 中の $L^1$ 、 $L^2$ と同義である。 $n$ 、 $o$ 、 $p$ 、 $q$ は0、1、2の整数であり、特に0が好ましい。

【0041】この中でも、特に下記式で表される複素芳香環基が好ましい。

【化13】

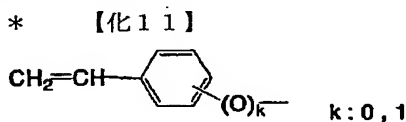


\*【0034】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アシルオキシ基としては、無置換でも置換基で置換されていてもよく、総炭素数2～40のアシルオキシ基が好ましく、総炭素数2～30のアシルオキシ基が特に好ましく、複素環を含んでいてもよく、炭素-炭素二重結合、炭素-炭素三重結合を含んでいてもよい。置換されている場合の置換基としては、例えば、ハロゲン原子、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基、シアノ基が好ましく、中でも、ハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基が特に好ましい。

【0035】 $R^1$ と $R^2$ で表される前記アシルオキシ基の具体例としては、アセチルオキシ基、ベンゾイルオキシ基、アクリロイルオキシ基、4-ベンゾイルオキシベンゾイルオキシ基等が挙げられる。

【0036】又、 $R^1$ と $R^2$ で表されるアルキル基、アリール基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アシルオキシ基は、下記基で置換されていてもよい。

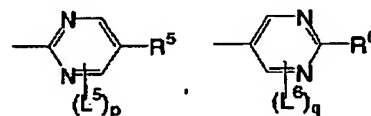
【0037】



※特に、ハロゲン原子、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アルコキシ基、アシルオキシ基が好ましい。このような複素芳香環基としては、ピリジル基、ピリミジニル基、フリル基、ベンゾフラニル基等が挙げられ、この中でも、ピリジル基、ピリミジニル基が好ましい。

【0039】このような複素芳香環基の内、下記式で表される基が好ましい。

【化12】

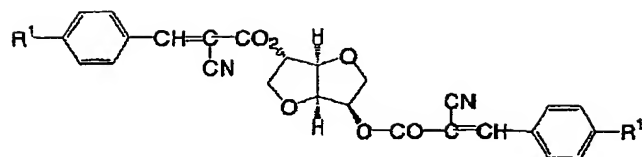


【0042】以上のような $\text{Ar}^1$ と $\text{Ar}^2$ の内、特にアリール基が好ましく、又、 $\text{Ar}^1$ と $\text{Ar}^2$ は同じものであることがより好ましい。

【0043】以下に、前記一般式 (I) で表される光学活性イソソルビド誘導体の具体例 (例示化合物1-1～25、2-1～23、3-1～18、4-1～18、5-1～7、6-1～6、7-1～13) を示す。但し、本発明においては、これらに制限されるものではない。

【0044】

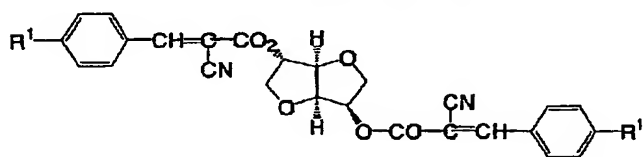
【化14】



No.	R¹-
1-1	H-
1-2	CH₃-
1-3	(n)C₇H₁₅-
1-4	F-
1-5	CF₃-
1-6	
1-7	
1-8	
1-9	
1-10	
1-11	
1-12	(n)C₄H₉O-
1-13	(n)C₈H₁₇O-
1-14	
1-15	HO(CH₂)₂O-

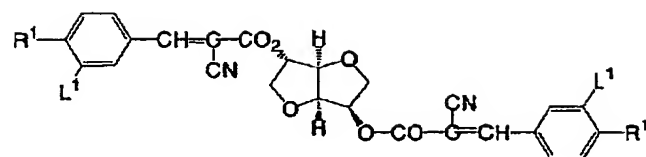
【0045】

\* 30 \* 【化15】



No.	R¹-
1-16	(n)C₃H₁₁CO₂(CH₂)₃O-
1-17	
1-18	CH₂=CHCO₂(CH₂)₆O-
1-19	CH₃O-CO-CH₂O-
1-20	HO-
1-21	CH₃CO-
1-22	(n)C₁₀H₂₁O-CO-
1-23	
1-24	(n)C₈H₁₇CO₂-
1-25	N≡C-

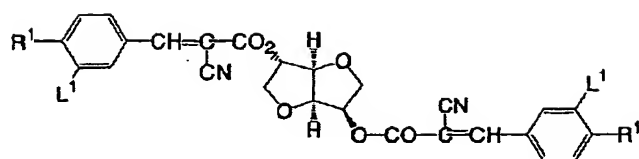
【0046】



No.	R <sup>1</sup> -	L <sup>1</sup> -
2-1	F-	F-
2-2	(n)C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> -	Cl-
2-3		CH <sub>3</sub> -
2-4		F-
2-5		CH <sub>3</sub> O-
2-6		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-
2-7	(n)C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-
2-8	(n)C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-
2-9	(n)C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-
2-10	(n)C <sub>12</sub> H <sub>25</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-
2-11	(n)C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> CO <sub>2</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-
2-12	HO(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-
2-13	(n)C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> O-	CH <sub>3</sub> -
2-14	HO-	CH <sub>3</sub> O-
2-15		Cl-

【0047】

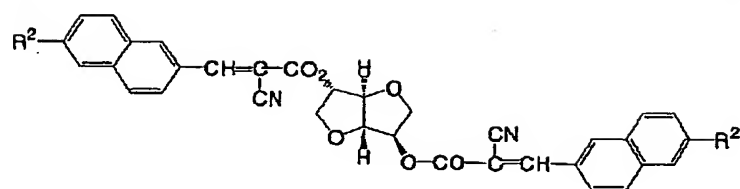
【化17】










No.	R¹-	L¹-
2-16		CH₃-
2-17		(n)C₄H₉O-
2-18		CH₃O-
2-19		CH₃O-
2-20		CH₃O-
2-21		CH₃O-
2-22	(n)C₇H₁₁CO₂-	CH₃-
2-23	N≡C-	F-

【 0 0 4 8 】

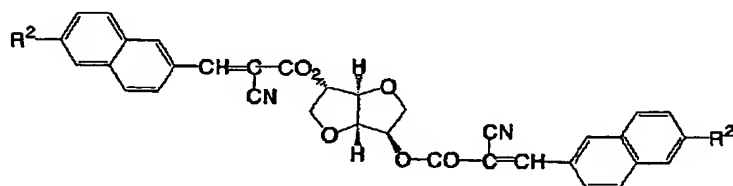
【 化 1 8 】





No.	R <sup>2</sup> -
3-1	H-
3-2	Cl-
3-3	(n)C <sub>8</sub> H <sub>11</sub> -
3-4	(n)C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -  -CH=CH-
3-5	(n)C <sub>8</sub> H <sub>13</sub> O-  -C≡C-
3-6	(n)C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -  -
3-7	(n)C <sub>5</sub> H <sub>11</sub> -  -
3-8	CH <sub>3</sub> O-
3-9	(n)C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> O-
3-10	HO-
3-11	(n)C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -  -CO-
3-12	(n)C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )CH <sub>2</sub> O-CO-
3-13	 -O-CO-
3-14	CH <sub>3</sub> -  -CO <sub>2</sub> -

【0049】

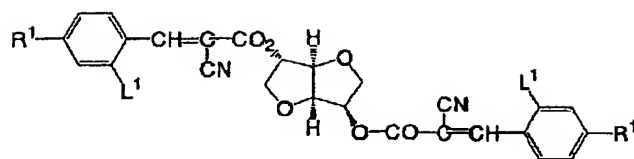
\* \* 【化19】



No.	R <sup>2</sup> -
3-15	(n)C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> O-  -CO <sub>2</sub> -
3-16	CH <sub>2</sub> =C(CH <sub>3</sub> )CO <sub>2</sub> -
3-17	(n)C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> O-  -CH=CH-CO <sub>2</sub> -
3-18	N≡C-

【0050】

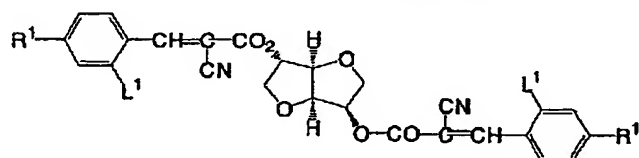
【化20】



No.	R¹-	L¹-
4-1	F-	F-
4-2	CH₃-	CH₃-
4-3	CH₂=CH-	CH₃O-
4-4	C₂H₅O-CO-C≡C-	HO-
4-5		CH₃-
4-6		C₂H₅O-
4-7	(n)C₃H₁₁O-	HO-
4-8	(n)C₇H₁₅O-	CH₃O-
4-9	CH₂=CH-	CH₃O-
4-10	C₂H₅O-CO-(CH₂)₆O-	HO-
4-11	(n)C₈H₁₅O-	CH₃O-
4-12	HO(CH₂)₆O-	(n)C₈H₁₅O-
4-13	HO-	HO-
4-14		Cl-
4-15	(t)C₄H₉-	HO-

【0051】

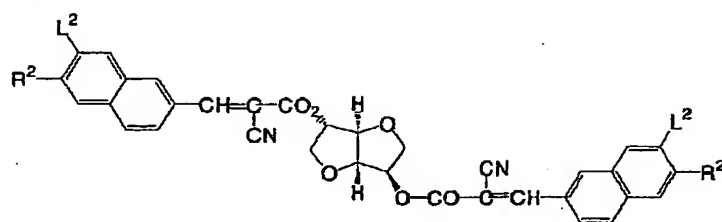
\* \* 【化21】



No.	R¹-	L¹-
4-16		CH₃O-
4-17	(n)C₄H₉O-	CH₃O-
4-18	N≡C-	HO-

【0052】

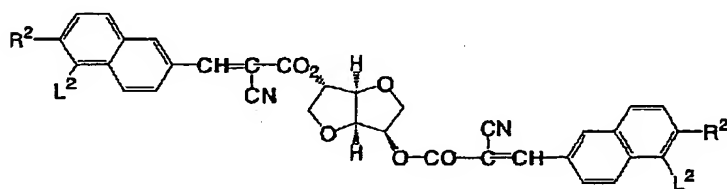
【化22】



No.	R <sup>2</sup> -	L <sup>2</sup> -
5-1	(n)C <sub>8</sub> H <sub>11</sub> -	CH <sub>3</sub> -
5-2	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-CO-CH=CH-	Br-
5-3		CH <sub>3</sub> O-
5-4		CH <sub>3</sub> O-
5-5	(n)C <sub>7</sub> H <sub>15</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-
5-6	HO-	Cl-
5-7		F-

【0053】

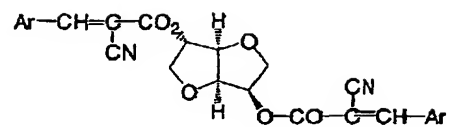
\* 20 \* 【化 2 3】



No.	R <sup>2</sup> -	L <sup>2</sup> -
6-1	CH <sub>2</sub> =CH-CH <sub>2</sub> -	HO-
6-2	(n)C <sub>8</sub> H <sub>15</sub> O-	Cl-
6-3		Br-
6-4		CH <sub>3</sub> O-
6-5	HO-	CH <sub>3</sub> -
6-6		Br-

【0054】

【化 2 4】

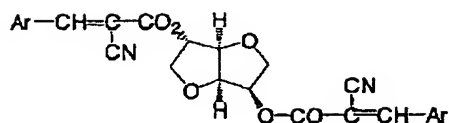


No.	Ar-
7-1	
7-2	
7-3	
7-4	
7-5	
7-6	

【0055】

【化25】





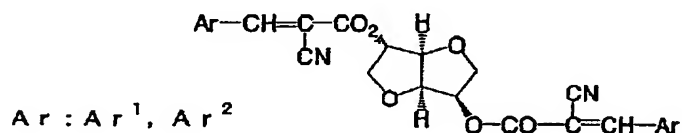
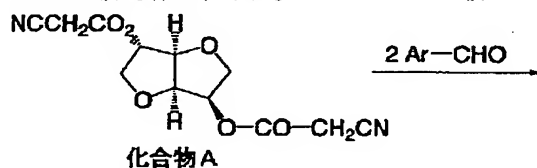
No.	Ar-
7-7	
7-8	
7-9	
7-10	
7-11	
7-12	
7-13	

【0056】(イソソルピド誘導体の合成) 一般式

\* (A) に従って合成することができる。

(I) の光学活性イソソルピド誘導体は、下記反応式 \*

【化26】



反応式 (A)

【0057】即ち、化合物AとAr-CHOで表されるアルデヒド誘導体との反応による合成である。アルデヒド誘導体は、市販品又は公知の方法により合成したものを用いることができる。アルデヒド誘導体の合成法に関しては、「第4版実験化学講座21」(日本化学会編、丸善)P1~P148を参考にすることができる。アルデヒド誘導体の化合物Aに対する当量は、2.0~2.5当量が好ましく、特に2.0~2.2当量が好ましい。

【0058】前記反応式(A)の反応には塩基を用いることが好ましく、該塩基としてはピペリジン、ピロリジ

ン、モルホリン、ピリジン、トリエチルアミン、ジメチルアニリン等の有機塩基、ナトリウムメチラート、炭酸カリウム、水酸化ナトリウム等の無機塩基、酢酸アンモニウム、酢酸ピペリジン、酢酸ナトリウム、ギ酸アンモニウム等のカルボン酸塩が挙げられる。塩基の当量は化合物Aに対して、0.1~2.0当量が好ましく、特に0.1~1.0当量が好ましい。また酸を用いることもでき、硫酸、酢酸、無水酢酸/酢酸などを挙げることができる。

【0059】前記反応式(A)の反応には溶媒を用いることが好ましく、該溶媒としてはメタノール、エタノー

ル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、トルエン、酢酸、水が挙げられる。トルエンを用いた場合にはディーンスタークトラップにより生成する水を除去することも可能である。溶媒量は化合物 A 1 モルに対し 0.1 ~ 5.0 リットルが好ましく、特に 0.3 ~ 2.0 リットルが好ましい。

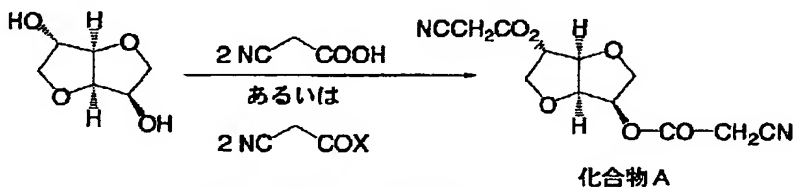
【0060】反応式 (A) の反応温度は 0℃ ~ 160℃ が好ましく、特に 5℃ ~ 120℃ が好ましい。また、一般式 (I) 中の Ar 基がヒドロキシ基やカルボキシ基等の反応性基を有している場合には、これらの反応性基を反応させてアシルオキシ基やアルコキシカルボニル\*

\*基等の基へ変換することもできる。

【0061】化合物 A は、一般式 (I) の化合物の合成中間体として有用である。化合物 A は、イソソルビドとシアノ酢酸又はシアノ酢酸誘導体とを反応させることにより得られる。その反応式を式 (B) に示す。シアノ酢酸を用いることが好ましく、特にシアノ酢酸を用いて脱水縮合で合成することが好ましい。シアノ酢酸誘導体とは、シアノ酢酸ハライド又はシアノ酢酸の混合酸無水物をいう。

【0062】

【化 27】



X : ハロゲン原子, -OCOR

R : アルキル基

反応式 (B)

イソソルビド及びシアノ酢酸は市販品を用いることができる。シアノ酢酸誘導体は公知の方法で合成できる。

【0063】前記反応式 (B) の反応を脱水縮合で行う場合は、脱水を促進するために脱水剤を用いることができる。脱水剤としては、p-トルエンスルホン酸一水和物、メタンスルホン酸等のスルホン酸類、塩酸、硫酸等の鉱酸、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体等のルイス酸が挙げられる。これらのうち、スルホン酸類、鉱酸が好ましい。

【0064】又、前記反応式 (B) の反応には溶媒を用いることができる。該溶媒としては、トルエン、クロロホルム、酢酸エチル等の水と分離し得る溶媒を用いて脱水縮合する場合は、ディーンスタークトラップにより生成する水を除去することが好ましい。又、アセトニトリル、アセトン等の水と分離せず、シアノ酢酸、シアノ酢酸誘導体と反応しない溶媒も用いることもできる。これらの中でトルエンを用いることが特に好ましい。

【0065】シアノ酢酸、シアノ酢酸誘導体の当量はイソソルビドに対して 2 ~ 5 当量が好ましく、特に 2.1 ~ 4.0 当量が好ましい。脱水剤の当量はイソソルビドに対して、0.01 ~ 0.3 当量が好ましく、特に 0.05 ~ 0.2 当量が好ましい。溶媒の量はイソソルビド 1 モルに対して、0.2 ~ 5.0 リットルが好ましく、特に 0.5 ~ 2.0 リットルが好ましい。反応温度は、各溶媒の還流温度が好ましい。

【0066】(光反応型キラル剤) 本発明の光反応型キラル剤は、前記の光学活性イソソルビド誘導体よりなり、液晶性化合物の配向構造を制御し得ると共に、光の照射により構造異性化して液晶の螺旋ピッチ、即ち螺旋構造の捻れ力 HTP (ヘリカルツイスティングパワー)

を変化させることができる特質を有する。即ち、液晶性化合物、好ましくはネマチック液晶化合物に誘起する螺旋構造の捻れ力の変化を光照射 (紫外線 ~ 可視光線 ~ 赤外線) によって起こさせる化合物であり、必要な部位 (分子構造単位) として、キラル部位 (カイラル部位) と光の照射によって構造変化を生じる部位とを有する。

【0067】しかも、前記イソソルビド誘導体からなる光反応型キラル剤は、特に液晶分子の HTP を大きく変化させることができる。従って、例えば、液晶性化合物にネマチック液晶化合物を用いたコレステリック液晶 (液晶相) の場合には、B (青色)、G (緑色)、R (赤色) の 3 原色を含む広範囲の波長領域にわたる選択反射が可能となる。即ち、光の波長の選択反射特性は、液晶分子の螺旋構造の捻れ角により決まり、その角度が大きく変化するほど選択反射する色幅が広範となり有用となる。

【0068】又、前記イソソルビド誘導体からなる光反応型キラル剤が、その同一分子内に重合性の結合基が 1 以上導入された構造である場合には、該光反応型キラル剤を含む液晶組成物や、例えば液晶カラーフィルタ、光学フィルム等の耐熱性を向上させることができる。

【0069】前記イソソルビド誘導体からなる光反応型キラル剤の分子量としては、500 以上が好ましい。又、後述する液晶性化合物との溶解性の高いものが好ましく、その溶解度パラメータ SP 値が、液晶性化合物に近似するものがより好ましい。

【0070】尚、前記 HTP は、液晶の螺旋構造の捻れ力、即ち、 $HTP = 1 / (\text{ピッチ} \times \text{キラル剤濃度} [\text{質量分率}])$  を表し、例えば、ある温度での液晶分子の螺旋ピッチ (螺旋構造の一周期;  $\mu\text{m}$ ) を測定し、この値をキラル剤の濃度から換算 [ $\mu\text{m}^{-1}$ ] して求めることがで

きる。光反応型キラル剤により光の照度により選択反射色を形成する場合、前記HTPの変化率（＝照射前のHTP／照射後のHTP）としては、照射後にHTPがより小さくなる場合には1.5以上が好ましく、更に2.5以上がより好ましく、照射後にHTPがより大きくなる場合には0.7以下が好ましく、更に0.4以下がより好ましい。

【0071】又、本発明の光反応型キラル剤は、捻れ力の温度依存性が大きいキラル化合物など、光反応性のない公知のキラル剤と併用することもできる。前記光反応性のない公知のキラル剤としては、例えば、特開2000-44451号、特表平10-509726号、WO98/00428、特表2000-506873号、特表平9-506088号、Liquid Crystals (1996、21、327)、Liquid Crystals (1998、24、219)等に記載のキラル剤が挙げられる。

【0072】（液晶組成物）本発明の液晶組成物は、少なくとも一種の液晶性化合物（好ましくはネマチック液晶化合物）と、前記本発明の光学活性イソソルビド誘導体（即ち、光反応型キラル剤）より選択される少なくとも一種とを含んでなり、前記液晶性化合物は、重合性基を有していても有していなくてもよい。又、必要に応じて、重合性モノマー、重合開始剤や、バインダ樹脂、溶媒、界面活性剤、重合禁止剤、増粘剤、色素、顔料、紫外線吸収剤、ゲル化剤等の他の成分を含んでいてもよい。本発明の液晶組成物は、特に界面活性剤を併用することが好ましい。例えば、塗布液状の液晶組成物を塗布し層形成する場合など、層表面の空気界面における液晶分子の配向状態を立体的に制御でき、特にコレステリック液晶相の場合には、より色純度の高い選択反射波長を得ることができる。

【0073】（光学活性イソソルビド誘導体）前記光学

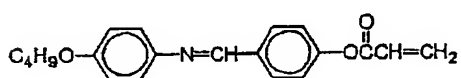
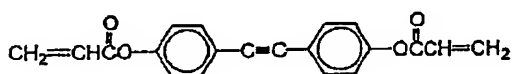
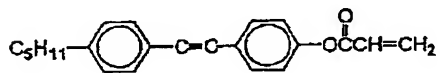
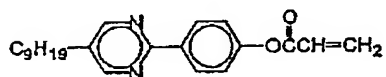
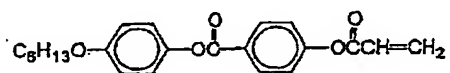
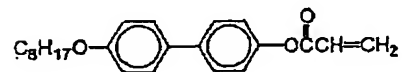
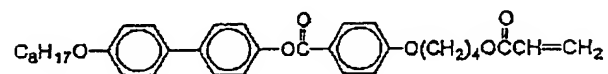
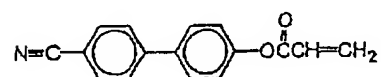
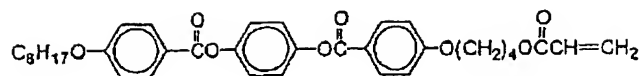
活性イソソルビド誘導体としては、光反応型キラル剤として、前述の一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体を含有し、液晶分子の配向構造を立体的に制御すると共に、所望のパターン及び光量で光照射することによって、共存する液晶性化合物、好ましくはネマチック液晶化合物の螺旋構造を変化させる。前記光学活性イソソルビド誘導体（光反応型キラル剤）の含有量としては、特に制限はなく適宜選択できるが、液晶組成物の全固形分（質量）の0.1～30質量％程度が好ましい。

【0074】（液晶性化合物）液晶性化合物としては、その屈折率異方性 $\Delta n$ が、0.10～0.40の液晶化合物、高分子液晶化合物、重合性液晶化合物の中から適宜選択することができる。例えば、スメクティック液晶化合物、ネマチック液晶化合物などを挙げることができる。中でも、ネマチック液晶化合物が好ましい。例えば、液晶性化合物にネマチック液晶化合物を用い、これに前記一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体を併用することによって、コレステリック液晶組成物（コレステリック液晶相）とすることができる。前記液晶性化合物は、熔融時の液晶状態にある間に、例えばラビング処理等の配向処理を施した配向基板を用いる等により配向させることができる。また、液晶状態を固相にして固定化する場合には、冷却、重合等の手段を用いることができる。

【0075】前記液晶性化合物の具体例としては、WO95/22586、特願2000-51089、特願2000-68479、特願平11-91162に記載の化合物を挙げることができる。但し、本発明においては、これらに制限されるものではない。このような液晶性化合物の一例を下記に示す。

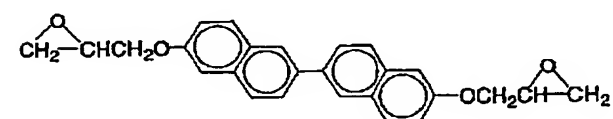
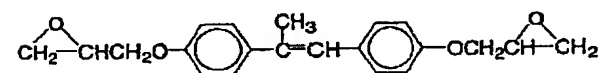
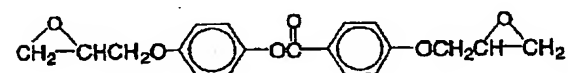
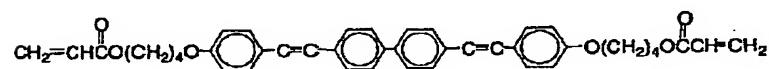
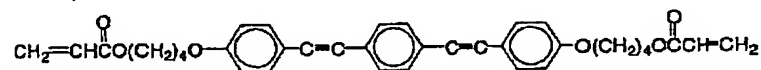
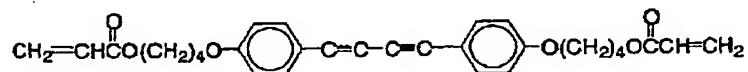
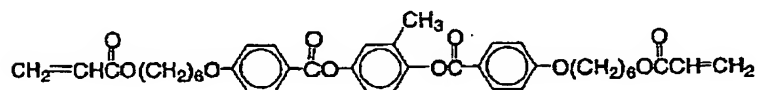
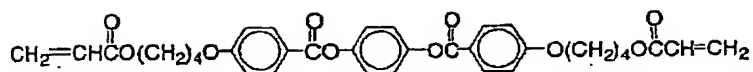
【0076】

【化28】



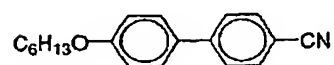
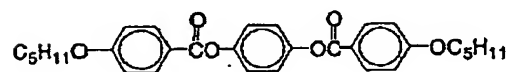
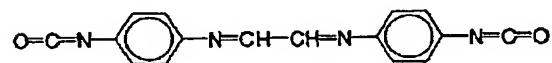
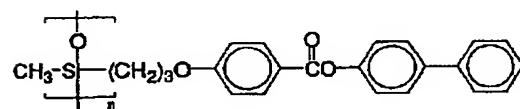
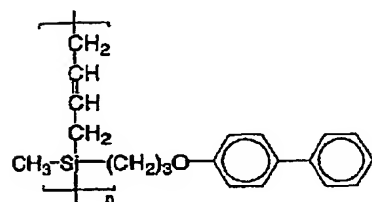
【0077】

【化29】



【0078】

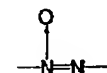
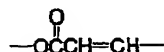
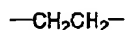
\* \* 【化30】



【0079】前記式中、 $n$ は、1～1000の整数を表す。前記各例示化合物においては、芳香環の連結基が以下の構造に変わったものも同様に好適なものとして挙げることができる。

【0080】

【化31】



【0081】上記の中でも、十分な硬化性を確保し、層の耐熱性を向上させる観点からは、分子内に重合性基あるいは架橋性基を有する液晶性化合物が好ましい。

【0082】液晶性化合物の含有量としては、液晶組成物の全固形分（質量）の30～99.9質量%が好ましく、50～95質量%がより好ましい。前記含有量が、30質量%未満であると、配向が不十分となることがあり、特にコレステリック液晶の場合には所望の選択反射色が得られないことがある。

【0083】（光重合開始剤）本発明の液晶組成物は光重合開始剤を含有させることもでき、該光重合開始剤の併用により重合性基の重合反応を促進し、光照射により液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を変化させた後の螺旋構造を固定化して、固定化後の液晶組成物の強度をより向上させることができる。液晶の螺旋構造の固定化に、重合性の液晶性化合物による重合反応を利用した場合には光重合開始剤を添加することが好ましい。例えば、液晶相がコレステリック液晶相である場合には、所望の螺旋ピッチが安定的に得られ、色純度の高い選択反射色を確保することができる。

【0084】前記光重合開始剤としては、公知のものの中から適宜選択することができ、例えば、 $p$ -メトキシフェニル-2,4-ビス（トリクロロメチル）- $s$ -トリアジン、2-（ $p$ -ブトキシシチル）-5-トリクロロメチル-1,3,4-オキサジアゾール、9-フェニルアクリジン、9,10-ジメチルベンズフェナジン、ベンゾフェノン/ミヒラーズケトン、ヘキサアリー

ルビイミダゾール/メルカプトベンズイミダゾール、ベンジルジメチルケタール、チオキサントン/アミン、トリアリールスルホニウムヘキサフルオロホスフェート等、更にビス（2,4,6-トリメチルベンゾイル）-フェニルホスフィンオキシド等の特開平10-29997号公報に記載のビスアシルホスフィンオキシド類、LucirinTPO等のDE4230555等に記載のアシルホスフィンオキシド類等が挙げられる。

【0085】前記光重合開始剤の添加量としては、液晶組成物の全固形分（質量）に対して、0.1～20質量%が好ましく、0.5～5質量%がより好ましい。前記添加量が、0.1質量%未満であると、光照射時の硬化効率が低いため長時間を要することがあり、20質量%を越えると、紫外線領域から可視光領域での光透過率が劣ることがある。

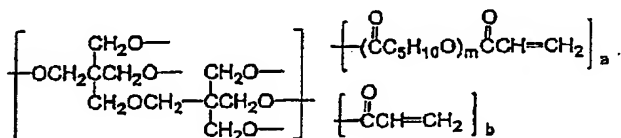
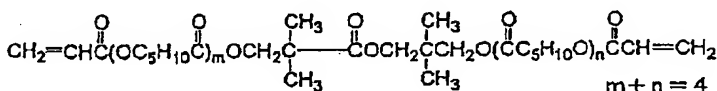
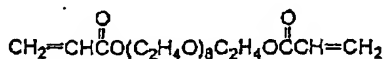
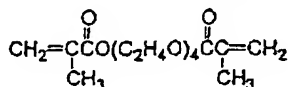
【0086】既述の通り、本発明の液晶組成物においては、前記一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体と光重合開始剤とを併合し、前記光学活性イソソルビド誘導体は光により異性化（トランス-シス）して液晶の螺旋ピッチを変化させ得るものであり、前記光重合開始剤は光により重合性基の重合反応を促進させ得るものである。光学活性イソソルビド誘導体と光重合開始剤とが、光源波長に対して、それぞれ異なる感光波長領域を持つことが好ましい。ここで、異なる感光波長を持つとは、両者の感光中心波長が重ならず、例えば、画像の表示特性や選択反射による色相純度の低下等を起こさない程度に、画像様露光時又は重合硬化時に互いに液晶配向を変化させないことをいう。感光中心波長が重ならないようにするには、両者の分子構造によることその他、バンドパスフィルタ等を通して照射光の波長を制御することでも行うことができる。

【0087】両者が互いに異なる波長の光に感光（感応）することによって、画像様に照射して液晶分子をパターン状に配向させた後、パターン状に配向してなる液晶の螺旋ピッチに影響を与えることなく固定化し、所望の螺旋ピッチよりなる画像を得ることができる。例えば、液晶相がコレステリック液晶相である場合には、所望の螺旋ピッチよりなる選択反射色を示し、色純度に優れた色相を得ることができる。

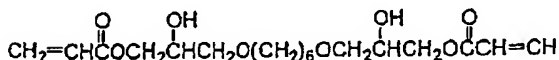
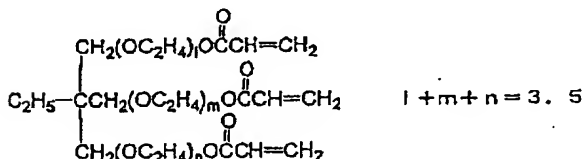
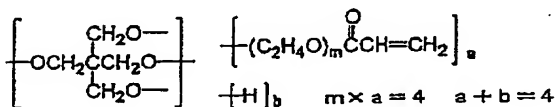
【0088】（重合性モノマー）本発明の液晶組成物には、例えば膜強度等の硬化の程度を向上させる目的で、重合性モノマーを併用してもよい。該重合性モノマーを併用すると、光照射による液晶の捻れ力を変化（パターンニング）させた後（例えば、選択反射波長の分布を形成した後）、その螺旋構造（選択反射性）を固定化し、固定化後の液晶組成物の強度をより向上させることができる。但し、前記液晶性化合物が同一分子内に重合性基を有する場合には、必ずしも添加する必要はない。

【0089】前記重合性モノマーとしては、例えば、エチレン性不飽和結合を持つモノマー等が挙げられ、具体

的には、ペンタエリスリトールテトラアクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート等の多官能モノマーが挙げられる。前記エチレン性不飽和結合を持つモノマーの具体例としては、以下に示す化合物を挙げる\*



A :  $m=1, a=6, b=0$   
B :  $m=2, a=6, b=0$



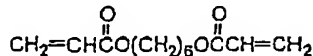
【0091】前記重合性モノマーの添加量としては、液晶組成物の全固形分（質量）に対して、0.5～50質量%が好ましい。前記添加量が、0.5質量%未満であると、十分な硬化性を得ることができないことがあり、50質量%を越えると、液晶分子の配向を阻害し、十分な発色が得られないことがある。

【0092】（他の成分）更に、他の成分として、バインダー樹脂、溶媒、界面活性剤、重合禁止剤、増粘剤、色素、顔料、紫外線吸収剤、ゲル化剤等を添加することもできる。前記バインダー樹脂としては、例えば、ポリスチレン、ポリ- $\alpha$ -メチルスチレン等のポリスチレン化合物、メチルセルロース、エチルセルロース、アセチルセルロース等のセルロース樹脂、側鎖にカルボキシル基を有する酸性セルロース誘導体、ポリビニルフォルマール、ポリビニルブチラール等のアセタール樹脂、特開昭59-44615号、特公昭54-34327号、特公昭58-12577号、特公昭54-25957号、

\*ことができる、但し、本発明においては、これらに限定されるものではない。

【0090】

【化32】



特開昭59-53836号、特開昭59-71048号に記載のメタクリル酸共重合体、アクリル酸共重合体、イタコン酸共重合体、クロトン酸共重合体、マレイン酸共重合体、部分エステル化マレイン酸共重合体等が挙げられる。

【0093】アクリル酸アルキルエステルのホモポリマー及びメタアクリル酸アルキルエステルのホモポリマーも挙げられ、これらについては、アルキル基がメチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*n*-ブチル基、*iso*-ブチル基、*n*-ヘキシル基、シクロヘキシル基、2-エチルヘキシル基等のものを挙げることができる。その他、水酸基を有するポリマーに酸無水物を添加させたもの、ベンジル（メタ）アクリレート／（メタアクリル酸のホモポリマー）アクリル酸共重合体やベンジル（メタ）アクリレート／（メタ）アクリル酸／他のモノマーの多元共重合体等が挙げられる。

【0094】液晶組成物中におけるバインダー樹脂の含

有量としては、0～50重量%が好ましく、0～30重量%がより好ましい。前記含有量が50重量%を超えると、液晶性化合物の配向が不十分となることがある。

【0095】本発明の液晶組成物においては、光反応性キラル剤及び液晶性化合物と共に界面活性剤を併用することが好ましい。該界面活性剤としては、排除体積効果を及ぼす界面活性剤が好ましい。ここで、排除体積効果を及ぼすとは、例えば塗布により液晶組成物を含む層を形成した際の、該層表面の空気界面での空間的な配向状態を立体的に制御することをいう。具体的には、ノニオン系の界面活性剤が好ましく、公知のノニオン系界面活性剤の中から適宜選択して使用することができる。

【0096】前記重合禁止剤は、保存性の向上の目的で添加され得る。例えば、ハイドロキノン、ハイドロキノンモノメチルエーテル、フェノチアジン、ベンゾキノン、及びこれらの誘導体等が挙げられる。該重合禁止剤の添加量としては、前記重合性モノマーに対して0～10重量%が好ましく、0～5重量%がより好ましい。

【0097】本発明の液晶組成物は、前記各成分を適当な溶媒に溶解、分散して調製でき、これを任意の形状に成形し、あるいは支持体等の上に形成して用いることができる。ここで、前記溶媒としては、例えば、2-ブタノン、シクロヘキサノン、塩化メチレン、クロロホルム等が挙げられる。

【0098】（液晶の螺旋構造を変化させる方法）前述の通り、本発明の液晶組成物は光反応型キラル剤（本発明の光学活性イソソルビド誘導体）を含んでなり、本発明の液晶の螺旋構造を変化させる方法においては、前述の本発明の液晶組成物に対して所望の光量で所望のパターン状に照射することにより、液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を変化させ、液晶の螺旋構造、即ち、螺旋の捻れの程度（捻れ力；HTP）の異なる領域を形成することができる。

【0099】また、特に液晶相をコレステリック液晶相とする場合には、その捻れ力に応じ液晶の示す選択反射色を任意に変化させることができる。この捻れ力の変化率（捻れ変化率）が大きい場合は、液晶が選択反射し得る選択反射色の色幅が広くなり、3原色（B、G、R）を含む広範な波長域の選択反射を得ることが可能であり、このことは、特にBGRの3原色を色純度高く表示させることができる点で重要となる。この点において、特に既述の一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体は、液晶の螺旋構造の捻れ力を大きく変化させることができるので、該化合物（キラル剤）を含む液晶組成物を用いることにより、青（B）、緑（G）、赤（R）の3原色を含む広範な色相を表示することができ、しかも色純度に優れた3原色を得ることができる。

【0100】具体的には、以下のようにして行える。即ち、液晶組成物にある波長の光を照射すると、その照射強度に応じて共存する光反応型キラル剤（一般式（I）

で表される光学活性イソソルビド誘導体）が感光して液晶の螺旋構造（捻れ角）を変化させ、画像様のパターンが形成される（パターンニング）。コレステリック液晶組成物の場合には、この構造変化により異なる選択反射色を示す。従って、所望の領域ごとに照射強度を変えて光照射すれば、照射強度に対応して配向し（複色色を呈し）、例えば、画像様に光透過率を変えて作成された露光用マスクを介して露光することにより、一回の光照射によって画像を、例えば異なる選択反射をする有色領域を同時形成することができる。

【0101】しかも、一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体に依るので、液晶の螺旋ピッチを大きく変化させることが可能で、コレステリック液晶組成物の場合には、形成された有色領域は広範な選択反射色を示し、色純度に優れたBGRの3原色を形成することができる。この光の照射は、露光用マスクによる方法のほか、所望の領域ごとに照射強度を変え得る方法であれば、特に制限なく行える。後述の液晶カラーフィルタ、光学フィルム等を形成する場合には、前述のようにしてある波長の光を画像様に露光してパターンニングした後、更に光照射して液晶組成物中の重合性基を光重合させて硬化し、所望の選択反射色に液晶の螺旋構造を固定化する。これらの形成方法については、「液晶の螺旋構造を固定化する方法」として以下に詳述する。

【0102】光照射に用いる光源としては、エネルギーが高く、液晶化合物の構造変化及び重合反応が迅速に行える点で、紫外線を発する光源が好ましく、例えば、高圧水銀ランプ、メタルハライドランプ、Hg-Xeランプ等が挙げられる。また、光量可変機能を備えることが好ましい。

【0103】以上のように、キラル剤として、前記一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体を液晶組成物に含有すると、光量に対する液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を大きく変化させることができる。したがって、例えば液晶性化合物としてネマチック液晶化合物を用いたコレステリック液晶相の場合には、液晶が呈し得る選択反射色の色幅が広がり、色純度に優れた青（B）、緑（G）、赤（R）の3原色を得ることができる。

【0104】既述のように、前記一般式（I）で表される光学活性イソソルビド誘導体を用いると、該化合物に起因し、光照射により液晶に誘起する螺旋ピッチの変化率が大きいことを利用して、液晶カラーフィルタや、円偏光分離膜、立体視用眼鏡、偏光マスク等の光学フィルムを形成することができる。また、広帯域のスイッチャブルミラー、光書き込み型の記録媒体などへの応用も可能である。強誘電性液晶、反強誘電性液晶、TGB相へドープすることによる分極状態のパターンニング、螺旋ピッチのパターンニングが可能となる。また、当然通常の光学活性イソソルビド誘導体としての使用も可能であり、STN素子やTN素子における螺旋構造誘起剤への適用



も可能である。また、本発明の液晶組成物には、非キラルなアゾ系やスチレン系の、光により異性化する化合物を配合させることもでき、光照射時における螺旋ピッチの変化率を更に増大させることができることがある。

【0105】(液晶の螺旋構造を固定化する方法) 前述の通り、一般式(I)で表される光学活性イソソルビド誘導体(光反応型キラル剤)に特定波長の光を照射することにより、共存する液晶の捻れ力を変化させ螺旋構造を変化させることができる。本発明の液晶組成物は、その一態様によると、重合性基を有する液晶性化合物、光重合開始剤及び一般式(I)で表される光学活性イソソルビド誘導体の少なくとも1種を含んでなる。そして、本発明の液晶の螺旋構造を固定化する方法においては、該液晶性化合物を重合することによって、変化させた螺旋構造を固定化することができるとともに、固定化後の液晶組成物の強度をより向上させることができる。なお、光重合開始剤と光学活性イソソルビド誘導体は、それぞれ異なる感光波長領域を有するものを用いることが好ましい。

【0106】具体的には、以下のようにして行うことができる。即ち、まず、前述の「液晶の螺旋構造を変化させる方法」において説明したパターンニングと同様に、液晶組成物中の光学活性イソソルビド誘導体の感光波長領域にある光を画像様に照射する。この光照射により、光学活性イソソルビド誘導体が感光して液晶の螺旋構造を変化させ、画像様のパターンが形成される(パターンニング)。このパターンニングの後に、液晶組成物中の光重合開始剤の感光波長領域にある光を照射する。すると、光重合開始剤によって液晶性化合物が重合し、変化後の螺旋構造を保持した状態で固定化される。この工程の前に、例えば、素素置換等の工程を設けてもよい。

【0107】光学活性イソソルビド誘導体の感光波長領域と光重合開始剤の感光波長領域とが異なる場合は、HTPを変化させるための光照射と光重合のための光照射が、互いに影響を及ぼすことがない。したがって、HTPを変化させるために画像様に露光する際、光重合が進行しないため、設定どおりのHTP変化率を有するパターンニングが可能となる一方、螺旋構造を固定化するために光重合させる際には、光学活性イソソルビド誘導体が光に反応せず、形成されたHTP変化パターンを確実に固定化することができる。

【0108】後述の液晶カラーフィルタ、光学フィルム等を形成する場合には、前述のようにして光学活性イソソルビド誘導体が感光する波長の光を画像様に露光してパターンニングした後、更に光重合開始剤が感光する波長の光を照射して液晶組成物中の重合性基を光重合させて硬化し、所望の選択反射色に液晶の螺旋構造を固定化する。これらの形成方法の詳細は後述する。

【0109】光照射に用いる光源としては、前述の「液晶の螺旋構造を変化させる方法」の説明において例示し

た光源と同様である。

【0110】(液晶カラーフィルタ) 以下、液晶カラーフィルタ、光学フィルム、記録媒体について詳述する。本発明の液晶カラーフィルタは、液晶性化合物と少なくとも一種の前記本発明の光学活性イソソルビド誘導体とを少なくとも含んでなり、前記液晶性化合物としてはネマチック液晶化合物が最も好適である。また、必要に応じて、重合性モノマー、光重合開始剤、前記本発明の液晶組成物において列挙した他の成分、及び排除体積効果を及ぼす界面活性剤等を含んでなる。例えば、前述の「液晶の螺旋構造を変化させる方法」並びに「液晶の螺旋構造を固定化する方法」に基づいて適宜選択された所望のパターン及び光量で光照射することにより作製できる。

【0111】以下、液晶カラーフィルタの製造方法の説明を通じて、本発明の液晶カラーフィルタについて詳述する。本発明の液晶カラーフィルタは、前述の本発明の液晶組成物、及び公知の組成物に前記一般式(I)で表される光学活性イソソルビド誘導体を含んでなるものの中から適宜選択して作製することができる。この場合、前記液晶組成物のみから構成されたシート形態のものであってもよいし、所望の支持体や仮支持体上に液晶組成物含む層(液晶層)が設けられた態様のものであってもよく、更に配向膜や保護膜等の他の層(膜)が設けられていてもよい。後者の場合、液晶層を二層以上積層することもでき、この場合には後述する前記露光工程は複数回設けられる。

【0112】前記ネマチック液晶化合物、重合性モノマー、光重合開始剤及び他の成分としては、前記本発明の液晶組成物で使用可能なものと同様のものが使用でき、その含有量、好ましい範囲等も該液晶組成物の場合と同様である。排除体積効果を及ぼす界面活性剤を併用することが好ましい。また、液晶カラーフィルタを構成する液晶組成物における、前記一般式(I)で表される光学活性イソソルビド誘導体の含有量も、既述の本発明の液晶組成物と同様である。

【0113】本発明の液晶カラーフィルタは、例えば、前記本発明の液晶組成物により好適に作製することができる。また、液晶カラーフィルタを製造する方法としては、特に制限はなく、例えば、第一の光により画像様に露光してパターンニングした後、第二の光により光重合させて硬化する工程(以下、「露光工程」ということがある。)を少なくとも一工程含んでなる製造方法であってもよい。即ち、前記本発明の「液晶の螺旋構造を固定化する方法」を適用してもよい。また、選択する製造態様に応じて、適宜液晶組成物との接触面に配向処理を施す工程(配向処理工程)、密着・剥離により液晶層を転写形成する工程(転写工程)、コレステリック液晶組成物を塗布して液晶層を形成する工程(塗布工程)などを経て形成されてもよい。

【0114】以下に、前記露光工程を含む製造方法の例として、コレステリック液晶組成物を用いた具体的な態様を示す。

(露光工程) 露光工程では、液晶化合物のパターニング及び固定化(重合硬化)のいずれをも光の照射によって行う。即ち、光学活性イソソルビド誘導体(以下、「光反応型キラル剤」ということがある。)が高感度に感光しうる波長の第一の光により画像様に露光してパターニングした後、重合開始剤が高感度に感光しうる第二の光により光重合させて硬化し、所望の選択反射色に液晶化合物の螺旋構造を固定化する。

【0115】前記第一の光が液晶組成物に照射されると、その照度に応じて、共存する光反応型キラル剤が感光して液晶化合物の螺旋構造が変化し、この構造変化により異なる選択反射色を示し画像様のパターンが形成される。従って、所望の領域ごとに照射強度を変えて光照射すれば、照射強度に対応して複色色を呈し、例えば、画像様に光透過率を変えて作成された露光用マスクを介して露光することにより、一回の光照射によって画像を、即ち異なる選択反射をする有色領域を同時形成することができる。これに更に、第二の光を照射して硬化(固定化)させることにより液晶カラーフィルタを作製できる。

【0116】前記第一の光の波長としては、光反応型キラル剤の感光波長域、特に感光ピーク波長に近接する波長に設定することが、十分なパターニング感度が得られる点で好ましい。また、第二の光の波長としては、重合開始剤の感光波長域、特に感光ピーク波長に近接する波長に設定することが、十分な光重合感度が得られる点で好ましい。また、第一及び第二の光の照度(照射強度)には特に制限はなく、パターニング時及び重合硬化時の光感度が十分得られるように、使用する材料に応じて適宜選択できる。前記第一及び第二の光の照射に用いる光源としては、前記液晶組成物の光照射に使用可能なものと同様の光源が使用できる。

【0117】更に具体的には、下記第1、第2の態様の製造方法であってもよく、これら2態様によって、より好適に作製することができる。

#### 【第1の態様】

(1) 仮支持体上に塗布液状の液晶組成物を設け、液晶層を少なくとも有する転写材料を形成する工程。前記塗布液状の液晶組成物は、各成分を適当な溶媒に溶解、分散して調製できる。ここで、前記溶媒としては、例えば、2-ブタノン、シクロヘキサノン、塩化メチレン、クロロホルム等が挙げられる。液晶カラーフィルタの作製においては、コレステリック液晶組成物が好ましい。前記液晶層と仮支持体との間には、被転写体上に異物等がある場合など、転写時における密着性を確保する観点から、熱可塑性樹脂等を含んでなるクッション層を設けることもでき、該クッション層等の表面には、ラビング

処理等の配向処理(配向処理工程)を施すことも好ましい。

(2) 前記転写材料を光透過性の基板上にラミネートする工程。前記光透過性の基板のほか、基体上に受像層を有する受像材料を用いてもよい。また、前記転写材料を用いずに、基板上に直接液晶組成物を塗布形成してもよい(塗布工程)。塗布は、パーコーターやスピコーター等を用いた公知の塗布方法の中から適宜選択して行える。但し、材料ロス及びコストの点で転写による方法が好ましい。

【0118】(3) 光透過性の基板から転写材料を剥離して、前記基板上にコレステリック液晶層を形成する工程(転写工程)。該液晶層は、下記(4)を経た後、更に積層して複数層より構成することもできる。

(4) コレステリック液晶層に露光マスクを介して画像様に照度 $v^1$ の紫外線を照射し選択反射色を示す画素パターンを形成し、これに更に照度 $v^2$ の紫外線を照射して層を硬化させる工程(露光工程)。

#### 【0119】【第2の態様】

(1) カラーフィルタを構成する支持体上に直接液晶組成物を設けて液晶層を形成する工程。ここで、液晶層は、上記同様に塗布液状に調製した液晶組成物をパーコーターやスピコーター等を用いた公知の塗布方法により塗布形成することができる。また、前記コレステリック液晶層と仮支持体との間には、上記同様の配向膜が形成されていてもよい。該配向膜等の表面には、ラビング処理等の配向処理(配向処理工程)を施すことも好ましい。

(2) 前記第1の態様の工程(4)と同様の露光工程。

【0120】液晶カラーフィルタとして機能する液晶層(シート状の液晶組成物)の厚みとしては、1.5~4 $\mu\text{m}$ が好ましい。

【0121】更に、図1から図3を用いて以下に一例を説明する。図1~3は、本発明の液晶カラーフィルタを製造する工程の一形態を示す概略図である。まず、既述の各成分を適当な溶媒に溶解し、塗布液状コレステリック液晶組成物を調製する。ここで、各成分及び溶媒は既述の通りである。

【0122】図1-(A)のように、支持体10(以下、「仮支持体」ともいう)を準備し、該支持体10上に、例えばアクリル樹脂、ポリエステル、ポリウレタン等を塗布形成してクッション層(熱可塑性樹脂層)12を設け、更にポリビニルアルコール等よりなる配向膜14を積層する。この配向膜には、図1-(B)に示すようにしてラビング処理が施される。このラビング処理は、必ずしも必要ではないが、ラビング処理した方がより配向性を向上させることができる。次に、図1-

(C)に示すように、前記配向膜14上に、塗布液状のコレステリック液晶組成物を塗布、乾燥しコレステリック液晶層16を形成した後、このコレステリック液晶層

16上にカバーフィルム18を設けて、転写材料を作製する。以下、該転写材料を転写シート20と称する。

【0123】一方、図1-(D)に示すように、別の支持体22を準備し、該支持体上に上記と同様にして配向膜24を形成し、その表面にラビング処理を施す。以下、これをカラーフィルタ用基板26と称する。

【0124】次いで、転写シート20のカバーフィルム18を剥がした後、図2-(E)に示すように、該転写シート20のコレステリック液晶層16の表面と、カラーフィルタ用基板26の配向膜24の表面とが接触するように重ね合わせ、図中の矢印方向に回転するロールを通してラミネートされる。その後、図1-(F)に示すように、転写シート20の配向膜14とクッション層12との間で剥離され、カラーフィルタ用基板上に、コレステリック液晶層が配向膜14と共に転写される。この場合、クッション層12は、必ずしも仮支持体10と共に剥離されなくてもよい。

【0125】転写後、図3-(G)に示すように、配向膜14の上方には、光の透過率の異なる領域を複数有する露光マスク28が配置され、このマスク28を介して第一の光をコレステリック液晶層16にパターン状に照射される。コレステリック液晶層16には、光照射量によって螺旋ピッチが異なるように液晶化合物、キラル化合物等が含まれており、螺旋ピッチが異なる構造が各パターン毎に、例えば、緑色(G)を反射し、青色(B)及び赤色(R)を透過させる領域、青色(B)を反射し、緑色(G)及び赤色(R)を透過させる領域、赤色(R)を反射し、緑色(G)及び青色(B)を透過させる領域を形成するように形成される。

【0126】次に、図3-(H)に示すように、コレステリック液晶層16に対して、上記工程(G)における光照射と異なる照射強度で更に紫外線照射して、パターンを固定化する。その後、2-ブタノン、クロロホルム等を用いて、コレステリック液晶層16上の不要部分(例えば、クッション層、中間層等の残存部、未露光部)を除去することにより、図3-(I)に示すように、BGRの反射領域を有するコレステリック液晶層を形成できる。

【0127】図1~3に示す方法は、ラミネート方式によるカラーフィルタの製造方法の一形態であるが、カラーフィルタ用基板上に直接液晶層を塗布形成する塗布方式による製造方法であってもよい。この場合、上記態様に当てはめると、図1-(D)に示すカラーフィルタ用基板26の配向膜24上にコレステリック液晶層を塗布、乾燥した後、上記同様の図3-(G)~(I)に示す工程が順次実施される。

【0128】これらの工程及び使用する転写材料、支持体等の材料については、本発明者らが先に提出した特願平11-342896号及び特願平11-343665号の各明細書に詳細に記載されている。

【0129】上記のように、前記の光学活性イソソルビド誘導体を含む液晶組成物を用いると、光量に対する液晶の螺旋構造の捻れ力の変化率が大きいので、液晶が呈し得る選択反射色の色幅が広がり、色純度に優れた青(B)、緑(G)、赤(R)の3原色よりなる液晶カラーフィルタを得ることができる。

【0130】(光学フィルム) 本発明の光学フィルムは、液晶性化合物と少なくとも一種の前記本発明の光学活性イソソルビド誘導体とを少なくとも含んでなり、広範な波長域から光学波長を任意に設定してなる。必要に応じて、重合性モノマー、光重合開始剤、及び排除体積効果を及ぼす界面活性剤等の前記本発明の液晶組成物において列挙した他の成分等を含んでなり、適宜選択された所望のパターン及び光量で光照射することにより作製できる。例えば、前述の「液晶の螺旋構造を変化させる方法」並びに「液晶の螺旋構造を固定化する方法」に基づいて作製できる。

【0131】本発明の光学フィルムは、前述した本発明の液晶組成物、及び公知の組成物に前記一般式(I)で表される光学活性イソソルビド誘導体を含んでなるものの中から適宜選択して作製することができる。ここで、光学フィルムの形態としては、特に制限はなく、前記液晶組成物のみから構成されたシート形態、所望の支持体や仮支持体上に液晶組成物を含む層(液晶層)を設けた形態等のいずれであってもよく、更に配向膜や保護膜等の他の層(膜)が設けられていてもよい。

【0132】前記液晶性化合物、重合性モノマー及び光重合開始剤及び他の成分としては、前記本発明の液晶組成物で使用可能なものと同様のものが使用でき、その含有量、好ましい範囲等も該液晶組成物の場合と同様である。また、光学フィルムを構成する液晶組成物中における、前記一般式(I)で表される光学活性イソソルビド誘導体の含有量も、既述の本発明の液晶組成物と同様である。

【0133】本発明の光学フィルムは、例えば、前記本発明の液晶組成物を用いて好適に作製することができる。また、光学フィルムを製造する方法としては、前記液晶カラーフィルタとほぼ同様の方法により作製でき、前記露光工程を少なくとも一工程含んでなる方法であってもよい。即ち、前述の「液晶の螺旋構造を固定化する方法」を適用してもよい。また、選択する製造態様に応じて、前記配向処理工程、転写工程、塗布工程などの工程を経て形成されてもよい。より具体的には、前記第1の態様、第2の態様の製造方法とほぼ同様にして作製することもできる。

【0134】上記のように、前記の光学活性イソソルビド誘導体を含む液晶組成物を用いると、光量に対する液晶の螺旋ピッチを大きく変化させることができる非光吸収型の光学フィルムを得ることができる。例えば、液晶相をコレステリック液晶相とした場合には、液晶の選択

反射する色幅が広く、多彩な選択反射色よりなる光学フィルム、色純度に優れた原色 (B, G, R) の光学フィルムなどを得ることができる。

【0135】(記録媒体) 本発明の記録媒体は、液晶性化合物と少なくとも一種の前記本発明の光学活性インソルビド誘導体とを含んでなり、必要に応じて、重合性モノマー、光重合開始剤、及び排除体積効果を及ぼす界面活性剤等の、前記本発明の液晶組成物において列挙した他の成分等を含んでなる。

【0136】本発明の記録媒体は、その形態に制限はなく、液晶組成物のみからなるシート形態のものであってもよいし、所望の支持体や仮支持体（以下、「支持体等」という）上に光反応型キラル剤を含有する液晶組成物を含む層（液晶層）が設けられた形態のものであってもよい。ここで、液晶組成物としては、前述した本発明の液晶組成物、及び公知の組成物に前記一般式 (I) で表される光学活性インソルビド誘導体を含んでなるものの中から適宜選択できる。また更に、配向膜や保護膜等の他の層（膜）が設けられていてもよい。

【0137】前記液晶性化合物、重合性モノマー及び光重合開始剤、及び他の成分としては、前記液晶組成物で使用可能なものと同様のものが使用でき、その含有量、好ましい範囲等も液晶組成物の場合と同様である。また、記録媒体を構成する液晶組成物中における、前記一般式 (I) で表される光学活性インソルビド誘導体の含有量も、既述の本発明の液晶組成物と同様である。

【0138】本発明の記録媒体は、例えば、前述した本発明の液晶組成物を支持体等上に設けることにより、好適に作製することができる。液晶組成物を支持体等上に設ける方法としては、(1) 仮支持体上に本発明の液晶組成物を含む液晶層が設けられた転写材料を用いて、支持体上に該液晶層を転写する方法、(2) 支持体上に、塗布液状に調製した液晶組成物を直接塗布する方法、等が挙げられる。前記方法 (1) 及び (2) において、転写材料や塗布の方法などについては、前記本発明の液晶組成物において例示した態様（第1及び第2の態様）及び図1～3の説明に準じて適応できる。

【0139】上記のようにして作製された本発明の記録媒体は、適宜選択された所望のパターン及び光量で光照射することにより、液晶の捻れ力の変化率に応じて画像を、特にコレステリック液晶の場合には螺旋ピッチの変化率で決まる選択反射色から構成される有色画像を、形成することができる。画像の形成は、例えば、前述の「液晶の螺旋構造を変化させる方法」並びに「液晶の螺旋構造を固定化する方法」に基づいて行ってもよい。しかも、液晶構造を変化させるキラル剤として前記一般式 (I) で表される光学活性インソルビド誘導体を用いると、光量に対する液晶の螺旋構造の捻れ力の変化率が大きいので、色再現範囲の広い画像を形成することができ、特にコレステリック液晶の場合には、液晶が選択反

射する色相幅を拡げることができ、多彩で色純度の高い多色画像を形成することができる。また、捻れ力の変化率の大きいことは、画像形成の際の高感度化（高速化）にも大きく寄与する。また、例えば、重合性の液晶化合物や重合性モノマーを用いることにより、パターンニング後の液晶を固定化することができ、十分な画像安定性に優れた画像を形成することができる。

【0140】光照射する光源としては、前記本発明の液晶組成物において使用可能なものと同様の光源を用いて、好適に光記録を行うことができる。また、液晶の固定化のための光照射の場合も同様である。

【0141】以上説明したように、液晶分子の螺旋構造を変化させるキラル剤として、特に前記の光学活性インソルビド誘導体を用いることにより、液晶の捻れ力（捻れ角）を大きく変化させることができる。特にネマチック液晶化合物を用いたコレステリック液晶の場合には、光照射により得られる選択反射波長域が拡がり、その結果、BGRの3原色の色純度をより高めることができる。したがって、液晶の色相の選択性、鮮やかさが向上し、特に液晶カラーフィルタや光学フィルム等においては、クリアで鮮やかなカラー像の表示が可能となり、記録媒体においては、形成する画像の色相を多彩化することができる。

#### 【0142】

【実施例】以下に、本発明の光学活性インソルビド誘導体の具体的な合成例を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。尚、本実施例中の「部」及び「%」は全て、「質量部」及び「質量%」を表す。

#### 【0143】[実施例1]：(化合物Aの合成)

インソルビド 1.2 モル (175.4 g)、シアノ酢酸 3.6 モル (306 g)、p-トルエンスルホン酸一水和物 0.12 モル (22.8 g) 及びトルエン 1.2 リットルを混合し、加熱還流した。ディーンスタークトラップにより水を除去しながら 10 時間反応させた。反応混合物を濃縮し、残渣を水にあげた。生成した固体を濾取し、水洗後乾燥した。得られた固体を酢酸エチル/n-ヘキサンにより再結晶し、化合物Aを 1.0 モル (281.4 g) 得た。収率 84%。

【0144】上記により得られた化合物Aを同定した結果を、下記に示す。

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ) ;  $\delta$  (in ppm from TMS)、5.34–5.20 (2H, m)、4.97–4.87 (1H, m)、4.57–4.50 (1H, m)、4.12–3.86 (4H, m)、3.56 (2H, s)、3.51 (2H, s)

#### 【0145】[実施例2]：(例示化合物1-12の合成)

化合物A 0.3 モル (84.07 g)、4-ブトキシベンズアルデヒド 0.6 モル (106.9 g)、ピペリジ

ン0.06モル(5.94ml)、及びTHF300mlの混合物を40℃で7時間攪拌した。反応混合物を水にあげ、得られた固体を濾取し、水洗の後メタノールで洗浄した。酢酸エチル/メタノールから再結晶して化合物1-12を98.9g(0.163モル)得た。収率54%、 $[\alpha]_D^{25} - 167^\circ$  (c 0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

【0146】上記により得られた結晶を同定した結果を、下記に示す。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ;  $\delta$  (TMS)、8.21 (1H, s)、8.16 (1H, s)、8.03 (2H, d)、7.99 (2H, d)、7.00 (2H, d)、6.99 (2H, d)、5.42-5.31 (2H, m)、5.10-5.02 (1H, m)、4.69-4.63 (1H, m)、4.22-3.92 (8H, m)、1.88-1.72 (4H, m)、1.60-1.42 (4H, m)、1.03-0.93 (6H, m)

【0147】【実施例3】：(例示化合物1-19の合成)

実施例2と同様な方法で化合物1-19を得た。収率14%、 $[\alpha]_D^{25} - 111^\circ$  (c 0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.22 (1H, s)、8.18 (1H, s)、8.10-7.98 (4H, m)、7.06-6.95 (4H, m)、5.43-5.32 (2H, m)、5.12-5.04 (1H, m)、4.74 (4H, s)、4.70-4.64 (1H, m)、4.22-3.92 (4H, m)、3.82 (6H, s)

【0148】【実施例4】：(例示化合物1-15の合成)

実施例2と同様な方法で化合物1-15を得た。収率17%、 $[\alpha]_D^{25} - 126^\circ$  (c 0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.21 (1H, s)、8.16 (1H, s)、8.07-7.96 (4H, m)、7.07-6.96 (4H, m)、5.42-5.31 (2H, m)、5.10-5.02 (1H, m)、4.69-4.63 (1H, m)、4.22-3.90 (12H, m)、2.03-1.92 (2H, m)

【0149】【実施例5】：(例示化合物1-14の合成)

実施例2と同様な方法で化合物1-14を得た。収率38%、 $[\alpha]_D^{25} - 112^\circ$  (c 0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.22 (1H, s)、8.18 (1H, s)、8.09-8.00 (4H, m)、7.96 (4H, d)、7.24 (4H, d)、

7.10-7.00 (4H, m)、5.43-5.32 (2H, m)、5.12-5.02 (1H, m)、4.74-4.60 (5H, m)、4.45-4.32 (4H, m)、4.24-3.92 (4H, m)、2.41 (6H, m)

【0150】【実施例6】：(例示化合物1-16の合成)

実施例2と同様な方法で化合物1-16を得た。収率54%、 $[\alpha]_D^{25} - 98^\circ$  (c 0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.22 (1H, s)、8.18 (1H, s)、8.10-7.95 (4H, m)、7.07-6.95 (4H, m)、5.43-5.32 (2H, m)、5.12-5.01 (1H, m)、4.72-4.63 (1H, m)、4.35-3.90 (12H, m)、2.40-2.04 (8H, m)、1.75-1.48 (4H, m)、1.40-1.17 (8H, m)、0.98-0.80 (6H, m)

【0151】【実施例7】：(例示化合物2-9の合成)

実施例2と同様な方法で化合物2-9を得た。収率48%、 $[\alpha]_D^{25} - 177^\circ$  (c 0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.20 (1H, s)、8.13 (1H, s)、7.83-7.75 (2H, m)、7.52-7.42 (2H, m)、6.98-6.89 (2H, m)、5.43-5.33 (2H, m)、5.12-5.04 (1H, m)、4.70-4.72 (1H, m)、4.23-3.88 (16H, m)、1.98-1.81 (4H, m)、1.53-1.30 (8H, m)、1.00-0.88 (6H, m)

【0152】【実施例8】：(例示化合物2-14の合成)

化合物A0.105モル(29.42g)、バニリン0.231モル(35.15g)、酢酸アンモニウム0.21モル(16.19g)、及びエタノール100mlを混合し、2時間還流した。反応液に水100mlを加え、固体を濾取した。水洗の後、アセトニトリルで洗浄した。例示化合物2-14を0.063モル(34.8g)得た。収率60%、 $[\alpha]_D^{25} - 237^\circ$  (c 0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

【0153】上記により得られた結晶を同定した結果を、下記に示す。

<sup>1</sup>H-NMR (DMSO-d<sub>6</sub>) ; 8.27 (1H, s)、8.24 (1H, s)、7.82-7.72 (2H, m)、7.70-7.60 (2H, m)、7.02-6.92 (2H, m)、5.41-5.26 (2H, m)、5.00-4.92 (1H, m)、4.62-4.55 (1H, m)、4.15-3.70 (10H, m)

【0154】〔実施例9〕：(例示化合物2-18の合成)

例示化合物2-14、5mモル(2.74g)、トリエチルアミン10mモル(1.02g)、THF20mlの混合物に、4-n-デシルオキシベンゾイルクロリド10mモル(2.97g)のTHF溶液を0℃にて滴下した。室温で2時間攪拌した後、反応混合物に希塩酸を加え酢酸エチルで抽出した。酢酸エチル層を留去し得られた油状物をカラムクロマトグラフィーにより精製して、薄黄色固体である例示化合物2-18を3.4mモル(3.66g)得た。収率68%、 $[\alpha]_D^{25} - 86^\circ$  (c0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

【0155】上記により得られた結晶を同定した結果を、下記に示す。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.29 (1H, s)、8.22 (1H, s)、8.15 (4H, d)、7.90-7.81 (2H, m)、7.58-7.48 (2H, m)、7.35-7.26 (2H, m)、6.98 (4H, d)、5.47-5.37 (2H, m)、5.15-5.05 (1H, m)、4.72-4.65 (1H, m)、4.25-3.95 (8H, m)、3.91 (3H, s)、3.90 (3H, s)、1.90-1.76 (4H, m)、1.55-1.20 (28H, m)、0.96-0.82 (6H, m)

【0156】〔実施例10〕：(例示化合物2-20の合成)

実施例9と同様な方法で化合物2-20を得た。収率33%、 $[\alpha]_D^{25} - 78^\circ$  (c0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.33-8.14 (10H, m)、7.92-7.83 (2H, m)、7.60-7.50 (2H, m)、7.37-7.29 (2H, m)、5.49-5.38 (2H, m)、5.16-5.07 (1H, m)、4.73-4.66 (1H, m)、4.23-3.95 (10H, m)、3.91 (3H, s)、3.90 (3H, s)

【0157】〔実施例11〕：(例示化合物3-8の合成)

実施例2と同様な方法で3-8を得た。収率42%、

$[\alpha]_D^{25} - 266^\circ$  (c0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.42 (1H, s)、8.38-8.30 (5H, m)、8.23-8.14 (2H, m)、7.90-7.77 (4H, m)、7.28-7.13 (4H, m)、5.50-5.38 (2H, m)、5.15-5.08 (1H, m)、4.73-4.68 (1H, m)、4.28-4.00 (4H, m)、3.98 (6H, s)

【0158】〔実施例12〕：(例示化合物3-14の合成)

化合物A 5.4mモル(1.50g)、6-ヒドロキシ

-2-ナフトアルデヒド10mモル(1.72g)、酢酸アンモニウム5.4mモル(0.39g)及びエタノール20ml混合し、8時間還流した。反応混合物を水にあげ得られた固体を濾取した。固体を水及びメタノールで洗浄して、例示化合物3-10を3.1mモル(1.81g)得た。これと、トリエチルアミン6.8mモル(6.9g)及びTHF20mlを混合し5℃に冷却した。これにトルロイルクロリド3.2mモル(0.49g)を滴下し、室温で2時間攪拌した。反応

混合物を水にあげ、得られた固体を濾取した。カラムクロマトグラフィーにて精製して、例示化合物3-14を0.30mモル(0.24g)得た。収率10%、 $[\alpha]_D^{25} - 146^\circ$  (c0.10, CHCl<sub>3</sub>)。

【0159】上記により得られた結晶を同定した結果を、下記に示す。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) ; 8.50-8.40 (4H, m)、8.28-8.18 (2H, m)、8.15 (4H, d)、8.08-7.90 (4H, m)、7.78 (2H, s)、7.52-7.43 (2H, m)、7.35 (4H, d)、5.52-5.40 (2H, m)、5.19-5.09 (1H, m)、4.76-4.69 (1H, m)、4.28-3.95 (4H, m)、2.47 (6H, s)

【0160】次に、実施例により本発明の用途を説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。尚、実施例中の「部」及び「%」は、全て「質量部」及び「質量%」を表す。

【0161】〔実施例13~26〕：光照射による螺旋ピッチの変化の測定

一般式(I)の光学活性イソソルビド誘導体(光反応型キラル剤)の前記例示化合物の中から、下記表1に示した14種類につき、ネマチック液晶組成物(ZLI-1132, メルク社製)に表記した添加量で混合して、ポリイミド配向膜で一軸配向処理を施したクサビ型セル(ガラス厚み1.1mm、青色板)に注入した。ここで、偏光顕微鏡を用いて室温での螺旋ピッチを測定し、これをヘリカルツイスティングパワー(HTP)に換算して、初期のHTPのデータを求め表1に示した。

【0162】次いで、上記クサビ型セルに対して高圧水銀ランプから300mW/cm<sup>2</sup>の照射強度で3分間紫外線を照射した。照射後、上記と同様にして室温での螺旋ピッチを測定して、これをHTPに換算し、初期値との差よりHTPの変化率を算出して、表1に示した。表1より明らかなように、紫外線の照射により螺旋の捻れ力(HTP)を大きく変化させることができた。尚、コンタクト法により、紫外線照射前後における捻れの向きを確認したところ、照射の前後とも右捻れであった。

【0163】

【表1】



化合物No	添加量	初期HTP	光照射後HTP	HTP変化率	振れの向き
1-12	1.0%	44	8.6	5.1	右
1-13	1.0	42	6.1	6.9	右
1-14	0.5	19	3.7	5.1	右
1-16	1.0	28	4.3	6.5	右
2-7	1.0	35	6.4	5.5	右
2-8	1.0	42	7.4	5.7	右
2-9	1.9	45	7.0	6.4	右
2-10	1.0	33	6.1	5.4	右
2-11	1.0	12	3.9	3.1	右
2-18	2.0	38	2.5	15	右
2-20	1.0	50	2.0	25	右
2-21	1.0	60	3.9	15	右
3-8	0.25	38	8.3	4.6	右
3-9	1.0	41	6.9	5.9	右

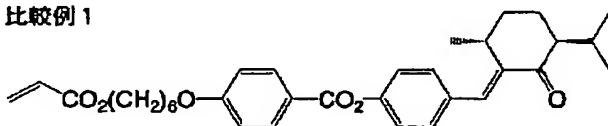
【0164】〔実施例27～30、比較例1～2〕：光照射による螺旋ピッチの変化の測定光照射の方法を、370nm付近に光源中心波長を有するトランスイルミネーター（Upland社製、4.8mW/cm<sup>2</sup>）の10秒間照射に変更して、光学活性イソソルビド誘導体の例示化合物4種類と下記に示す比較例1～2化合物につ\*

\*き、上記実施例と同様にして光照射による螺旋ピッチの変化を測定し、表2にその結果を示した。本発明の化合物は、370nm付近の光に対しても感度が高いことが分かった。

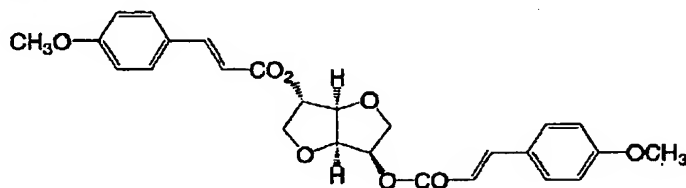
【0165】

【化33】

比較例1



比較例2



※ ※【表2】

化合物No	添加量	初期HTP	光照射後HTP	HTP変化率	振れの向き
1-12	1.0%	44	17	2.6	右
2-9	1.0	45	21	2.1	右
2-20	1.0	50	11	4.5	右
3-9	1.0	41	27	1.5	右
比較例1	1.0	23	20	1.2	右
比較例2	1.0	44	43	1.0	右

【0167】〔実施例31〕：広帯域円偏光反射板の作製

#### (1) 基板の準備

ガラス基板上に、ポリイミド配向膜（日立化成デュポン（株）製のLX-1400）塗布液をスピンコーターにより塗布し、100℃のオープンで5分間乾燥した後、250℃のオープンで1時間焼成して配向膜を形成した。更に、該膜の表面をラビング処理により配向処理して配向膜付ガラス基板を作製した。

#### 【0168】(2) 作製

上記より得た配向膜付ガラス基板の該配向膜上に、下記処方にて調製した塗布液をパーコーターにより塗布し、

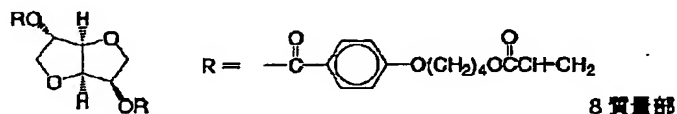
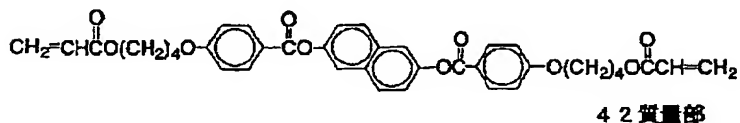
110℃のホットプレート上にて5分間保持した後、該温度下で365nmに光源中心波長を持つバンドパスフィルタを介して、超高圧水銀灯により1分間光照射を行った。次いで、110℃に維持した状態で暗所に5分間保持し、その後バンドパスフィルタを取り除き、窒素ガスを吹き付けながら上記と同様の超高圧水銀灯により照射エネルギー500mJ/cm<sup>2</sup>で更に全面を露光し、重合硬化した。以上のようにして、円偏光反射板を作製した。

【0169】

【化34】

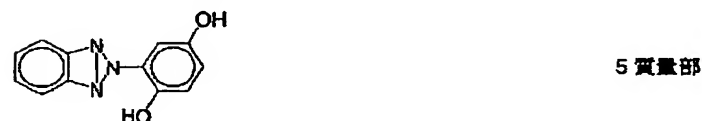
$$\text{CH}_2=\text{CHCO}(\text{CH}_2)_4\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{OCCH}=\text{CH}_2$$

4.2 質量部



CCCCOc1ccc(cc1)/C=C/C(=O)O[C@H]2[C@@H](OC(=O)/C=C/c3ccc(OC4CCCC4)cc3)[C@H](O)[C@H](O)[C@H]2O

5 質量部



400質量部

250℃のオーブンで1時間焼成して配向膜を形成した。更に、該膜の表面をラビング処理により配向処理して配向膜付ガラス基板を作製した。

【0172】 (2) フィルタ層の形成

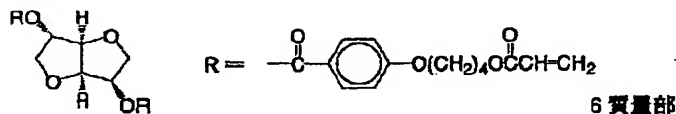
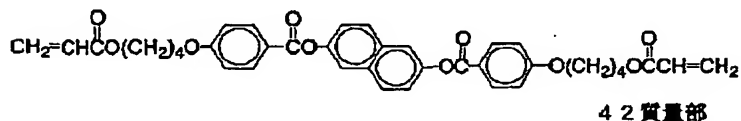
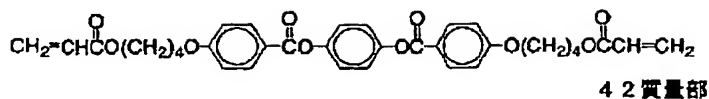
上記より得た配向膜付ガラス基板の該配向膜上に、下記処方にて調製した感光性樹脂層用塗布液をスピコーターにより塗布し、これを110℃のオープンで2分間乾燥して感光性樹脂層を形成した。

【0173】

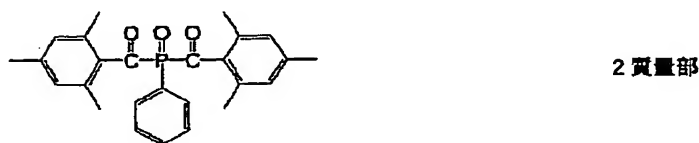
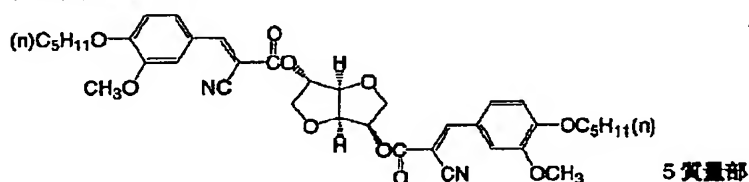
【化35】



〔塗布液の処方〕



**例示化合物 2-9**



## ジベンタエリスリトールヘキサアクリレート

### 3 質量部

## クロロフォルム

【0174】次いで、ガラス基板の表面で接触するように110℃のホットプレート上に5分間保持し、感光性樹脂層を発色させた。更に、該感光性樹脂層上に、透過率が三段階に異なり（0%、46%、92%）、それぞれの領域が青色画素用、緑色画素用、赤色画素用に対応して配列されたフォトマスクと365nmに中心を持つバンドパスフィルタとを介して超高圧水銀灯を配置し、このフォトマスク及びバンドパスフィルタを通して超高圧水銀灯により照射しパターンニングした。このときの照射エネルギーは赤色画素用に対して120mJ/cm<sup>2</sup>であり、照射強度は30mW/cm<sup>2</sup>であった。

【0175】次に、フォトマスクとバンドパスフィルタとを取り除き、代わりに400nm以上の光を透過する(400nmで50%透過)シャープカットフィルタを付け、窒素ガスを吹き付けながら上記と同様の超高圧水銀灯により照射エネルギー500mJ/cm<sup>2</sup>で更に全面を露光し、重合硬化した。更に、フィルタ部(感光性樹脂層)の硬化度を促進するために、220℃のオーブンで20分間焼成し、赤色画素、緑色画素、青色画素パターンが形成されたカラーフィルタを得た。上記パター

400質量部

ニング時において、照射によって液晶の螺旋ピッチ（液晶の捻れ力）を大きく変化させることができ、色純度の高い赤色、緑色、青色よりなる画素パターンを形成することができた。

【0176】〔実施例33〕：液晶カラーフィルタの作製

### (1) フィルタ基板の準備

ガラス基板上にポリイミド配向膜（日立化成デュボン（株）製のLX-1400）塗布液をスピンコーターにより塗布し、100℃のオーブンで5分間乾燥した後、250℃のオーブンで1時間焼成して配向膜を形成した。更に、該膜の表面をラビング処理により配向処理して配向膜付ガラス基板を作製した。

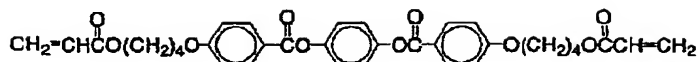
## 【0177】 (2) フィルタ層の形成

上記より得た配向膜付ガラス基板の該配向膜上に、下記処方にて調製した感光性樹脂層用塗布液をスピンコーターにより塗布し、これを110℃のオーブンで2分間乾燥して感光性樹脂層を形成した。

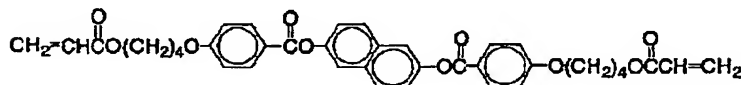
【0178】

【化36】

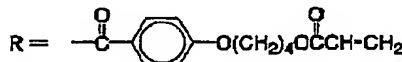
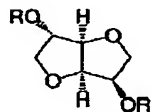
## 【塗布液の処方】



4 2 質量部

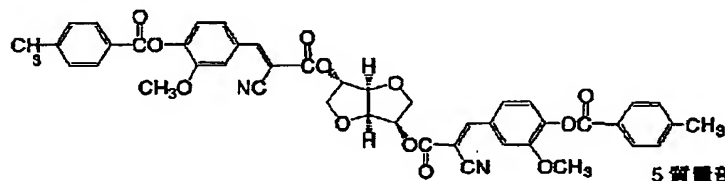


4 2 質量部

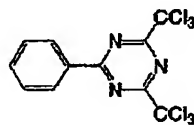


4 質量部

## 例示化合物 2-21



5 質量部



2 質量部

## ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート

3 質量部

## クロロフォルム

400 質量部

【0179】次いで、ガラス基板の表面で接触するように110℃のホットプレート上に5分間保持し、感光性樹脂層を発色させた。更に、該感光性樹脂層上に、透過率が三段階に異なり(0%、46%、92%)、それぞれの領域が青色画素用、緑色画素用、赤色画素用に対応して配列されたフォトマスクと365nmに中心を持つバンドパスフィルタとを介して超高圧水銀灯を配置し、このフォトマスク及びバンドパスフィルタを通して超高圧水銀灯により照射しパターンニングした。このときの照射エネルギーは赤色画素用に対して120mJ/cm<sup>2</sup>であり、照射強度は30mW/cm<sup>2</sup>であった。

【0180】次に、フォトマスクとバンドパスフィルタとを取り除き、窒素ガスを吹き付けながら上記と同様の超高圧水銀灯により照射エネルギー500mJ/cm<sup>2</sup>で更に全面を露光し、重合硬化した。更に、フィルタ部(感光性樹脂層)の硬化度を促進するために、220℃のオーブンで20分間焼成し、赤色画素、緑色画素、青色画素パターンが形成されたカラーフィルタを得た。上記パターンニング時において、照射によって液晶の螺旋ピ

ッチ(液晶の捻れ力)を大きく変化させることができ、色純度の高い赤色、緑色、青色よりなる画素パターンを形成することができた。

【0181】[実施例34]:液晶カラーフィルタの作製

## (1) フィルタ基板の準備

ガラス基板上にポリイミド配向膜(日立化成デュボン(株)製のLX-1400)塗布液をスピンコーターにより塗布し、100℃のオーブンで5分間乾燥した後、250℃のオーブンで1時間焼成して配向膜を形成した。更に、該膜の表面をラビング処理により配向処理して配向膜付ガラス基板を作製した。

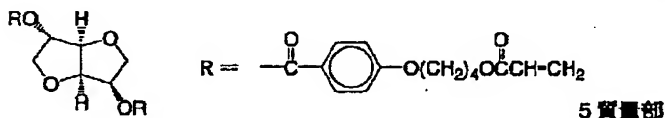
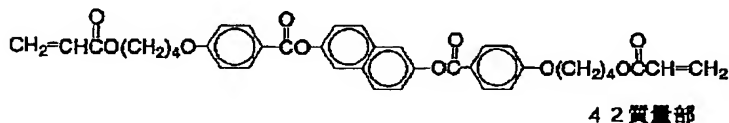
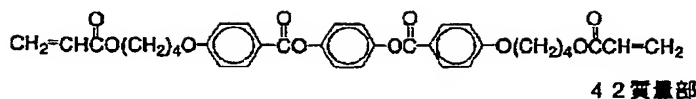
## 【0182】(2) フィルタ層の形成

上記より得た配向膜付ガラス基板の該配向膜上に、下記処方にて調製した感光性樹脂層用塗布液をスピンコーターにより塗布し、これを110℃のオーブンで2分間乾燥して感光性樹脂層を形成した。

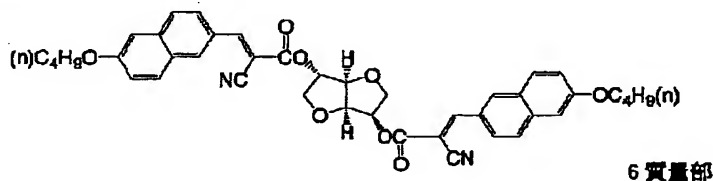
【0183】

【化37】

## 【塗布液の処方】



## 例示化合物 3-9



## ジベンタエリスリトールヘキサアクリレート

3質量部

## クロロフォルム

400質量部

【0184】次いで、ガラス基板の表面で接触するように110℃のホットプレート上に5分間保持し、感光性樹脂層を発色させた。更に、該感光性樹脂層上に、透過率が三段階に異なり（0%、46%、92%）、それぞれの領域が青色画素用、緑色画素用、赤色画素用に対応して配列されたフォトマスクと365nmに中心を持つバンドパスフィルタとを介して超高圧水銀灯を配置し、このフォトマスク及びバンドパスフィルタを通して超高圧水銀灯により照射しパターンニングした。このときの照射エネルギーは赤色画素用に対して110mJ/cm<sup>2</sup>であり、照射強度は30mW/cm<sup>2</sup>であった。

【0185】次に、フォトマスクとバンドパスフィルタとを取り除き、窒素ガスを吹き付けながら上記と同様の超高圧水銀灯により照射エネルギー500mJ/cm<sup>2</sup>で更に全面を露光し、重合硬化した。更に、フィルタ部（感光性樹脂層）の硬化度を促進するために、220℃のオープンで20分間焼成し、赤色画素、緑色画素、青

色画素パターンが形成されたカラーフィルタを得た。上記パターンニング時において、照射によって液晶の螺旋ピッチ（液晶の捻れ力）を大きく変化させることができ、色純度の高い赤色、緑色、青色よりなる画素パターンを形成することができた。

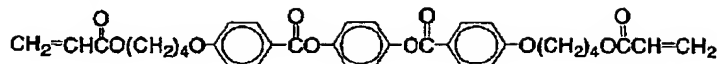
【0186】【実施例35】：STN素子用光学補償膜の作製

厚み80μmのトリアセチルセルロース（TAC）上に、ケン化度99.5%のポリエチレンビニルアルコール（PVA）膜をバーコート法により形成し、110℃下で3分間加熱した。該PVA膜上にラビング処理を施し、更に下記処方にて調製した塗布液をバーコーターにより加温塗布し、これを120℃のオープンで3分間乾燥して成膜した。

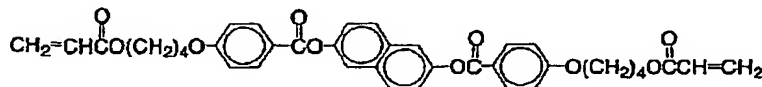
【0187】

【化38】

## 【塗布液の処方】

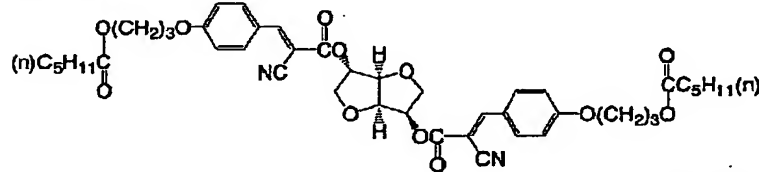


42質量部

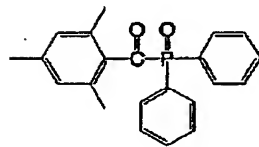


42質量部

## 例示化合物 1-16



0.3質量部



2質量部

## クロロフォルム

400質量部

【0188】次いで、温度100℃の下、前記膜上から高圧水銀ランプを用いて紫外線照射（照射エネルギー1000mJ/cm<sup>2</sup>）を行って膜を重合硬化させ、STN素子用光学補償膜を作製した（以下、「STN補償膜」と称する。）。この時のSTN補償膜の膜厚を測定したところ5.0μmであった。また、該STN補償膜の偏光透過スペクトルプロファイルから、液晶分子の配向（螺旋構造）が240度で膜厚方向に捻れ、その螺旋の捻れ角（回転角）が240度であることが判った。また、この膜を該膜とは逆向きの捻れ角（-240度）を持つSTN補償膜を用意し、これらを合致した部分の液晶分子が直交するように重ね合わせ、互いに吸収軸が直交する2枚の偏光板の間に挿入して、目視により観察したところ良好な黒色を示した。したがって、上記より形成された膜（STN補償膜）は、STN素子用光学補償膜として作用していることが確認できた。

## 【組成物】

・ネマチック液晶組成物

.....99.9%

（メルク社製のZLI-1132）

・本発明の光反応型キラル剤（前記例示化合物2-8）

.....0.1%

【0191】次に、互いに吸収軸が直交する二枚の偏光板の間に、注入後の駆動用セルを挿入して目視により観察したところ、リバースツイストドメインの発生は認められなかった。したがって、リバースツイストの発生に

\*【0189】【実施例36】：TN素子用のリバースツイストドメインの発生防止

I TO膜付きのガラス基板の該I TO膜上に、ポリイミド配向膜（日立化成デュボン（株）製のLX-140）塗布液をスピンコーターにより塗布し、100℃のオーブンで5分間乾燥した後、250℃のオーブンで1時間焼成して配向膜を形成した。更に、該膜の表面にラビング処理を施してラビング角度が90度になるように配向処理し、配向膜付ガラス基板を2枚作製した。上記配向膜付ガラス基板の配向膜が互に対向するように配置し、直径6μmのスペーサービーズを混合した2液性エポキシ樹脂接着剤により貼り合わせ、駆動用セルを形成した。該セルの厚みを光干渉法により測定したところ5.4μmであった。

【0190】前記セル中に、下記組成よりなる組成物を注入した。

よるコントラストの低下がなく、コントラスト、色純度に優れた画像表示が期待できる。

【0192】

【発明の効果】本発明によれば、365nm付近の光に

対して感光性を有し、光により異性化して構造変化し得る新規な光学活性化合物を提供することができる。本発明によれば、液晶性化合物の配向を制御し得、かつ光による液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）の変化率（捻れ変化率）が大きく、例えばネマチック液晶化合物を用いた場合には、3原色（B、G、R）を含む広範な選択反射が可能で、色純度の高い3原色を表示させ得る光反応型キラル剤を提供することができる。本発明によれば、光により液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を変化でき、且つその捻れ変化率の大きい光反応型キラル剤を含み、光により液晶分子の配向状態を大きく立体的に制御して光学特性を変化しうる液晶組成物を提供することができる。例えば、コレステリック液晶の場合には、光照射により3原色を含む広範な選択反射色を示し、しかも色純度に優れた3原色の表示が可能な液晶組成物を提供することができる。

【0193】本発明によれば、捻れ変化率の大きい光反応型キラル剤を含む液晶組成物に光照射して液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を大きく変化させうる、液晶の螺旋構造を変化させる方法を提供することができる。本発明によれば、捻れ変化率の大きい光反応型キラル剤を含む液晶組成物に対し、画像様に露光した後、パターン化された螺旋ピッチを損なわず維持された状態で固定化でき、特に液晶相がコレステリック液晶相の場合には、所望の選択反射色に液晶の螺旋構造を固定化し、色純度の高い色相を得ることのできる、液晶の螺旋構造を固定化する方法を提供することができる。

【0194】本発明によれば、光照射により液晶の螺旋ピッチ（捻れ力）を大きく変化させ得る光反応型キラル剤を含み、色純度の高い液晶カラーフィルタを提供する

ことができる。本発明によれば、光照射により液晶の捻れ力を大きく変化させ得る光反応型キラル剤を含む非光吸収型の光学フィルムを提供することができる。例えば、コレステリック液晶相とした場合には、選択反射域が広範で色純度の高い光学フィルムを提供することができる。本発明によれば、光照射により液晶の捻れ力を大きく変化させ得る光反応型キラル剤を含み、画像様に光量を変化させることにより鮮明な画像を形成し得る記録媒体を提供することができる。例えば、コレステリック液晶相とした場合には、色相が広範で色純度の高い選択反射色よりなる画像を形成し得る記録媒体を提供することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の液晶カラーフィルタを製造する工程の一部を示す概略図である。

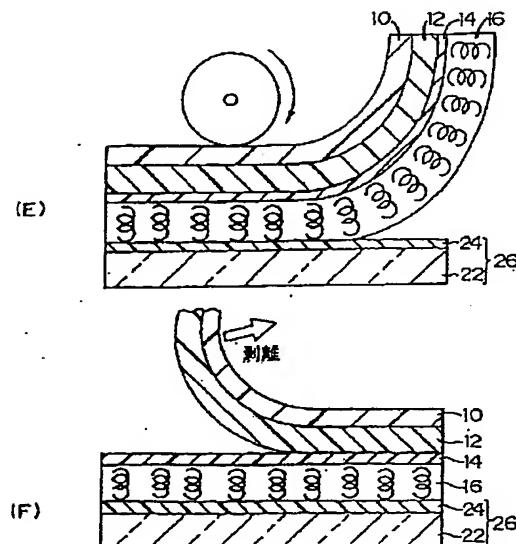
【図2】 本発明の液晶カラーフィルタを製造する工程の一部を示す概略図である。

【図3】 本発明の液晶カラーフィルタを製造する工程の一部を示す概略図である。

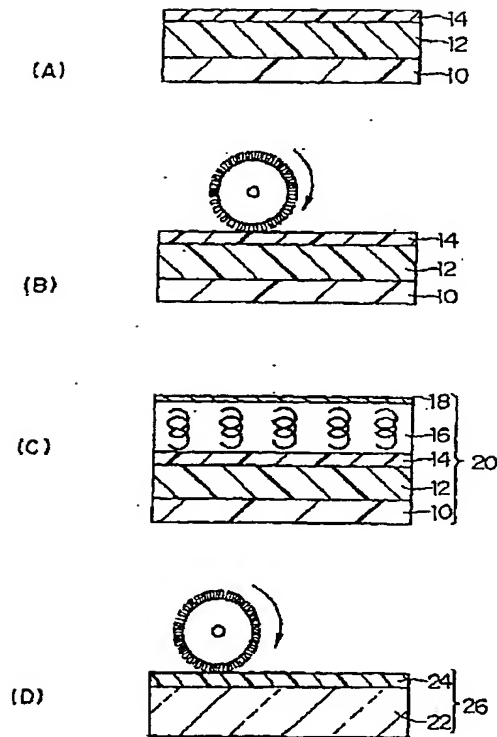
#### 【符号の説明】

10	支持体（仮支持体）
12	クッション層（熱可塑性樹脂層）
14, 24	配向膜
16	液晶層（液晶組成物）
18	カバーフィルム
20	転写シート
22	基板
26	カラーフィルタ用基板
28	露光マスク

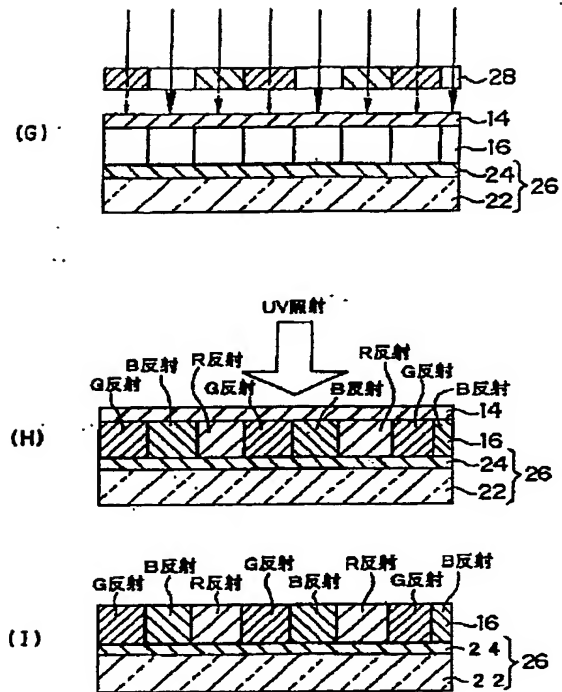
【図2】



【図 1】



【図 3】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>

識別記号

F I

テーマコード\* (参考)

G 0 2 F 1/1335

5 1 5

G 0 2 F 1/1335

5 1 5

// C 0 7 B 53/00

C 0 7 B 53/00

G

F ターム (参考) 2H048 BA04 BA47 BA64 BB02 BB42  
 2H091 FA02Y FB02 LA12 LA15  
 4C071 AA01 BB01 CC12 DD04 EE05  
 FF15 HH05 JJ01 JJ05 KK14  
 LL05 LL07  
 4H006 AA02 AC81  
 4H027 BA13 BD12 BD16

(54) 【発明の名称】 光学活性イソソルビド誘導体及びその製造方法、光反応型キラル剤、液晶組成物、液晶カラーフイルタ、光学フィルム及び記録媒体、並びに液晶の螺旋構造を変化させる方法、液晶の螺旋構造を固定化する方法

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**

**This Page Blank (uspto)**